



राजपत्र, हिमाचल प्रदेश (असाधारण)

हिमाचल प्रदेश राज्यशासन द्वारा प्रकाशित

शिमला, बुधवार, २४ जून, १९८७/३ आषाढ़, १९०९

हिमाचल प्रदेश सरकार

AGRICULTURE DEPARTMENT

NOTIFICATION

Shimla-2, the 12th January, 1987

No. Agr. F(7)-2/86.—The Government of India, Ministry of Agriculture (Department of Agriculture and Co-operation's notification G.S.R. No. 1160-E) dated 21st October, 1986, published in the Gazette of India (Extra-ordinary), Part-II, section 3, sub-section (i) is hereby re-published along with Hindi version for general information.

By order,
P. S. RANA,
Commissioner-cum-Secretary.

भारत सरकार
कृषि मंत्रालय
(कृषि और सहकारिता विभाग)
आदेश

नई दिल्ली, 21 अक्टूबर, 1986

सा 0 का 0 नि 0 1160(अ).—केन्द्रीय सरकार, आवश्यक वस्तु अधिनियम, 1955 (1955 का 10) की धारा 3 द्वारा प्रदत्त शक्तियों का प्रयोग करते हुए, उर्वरक (नियंत्रण) आदेश, 1985 का और संशोधन करने के लिए निम्नलिखित आदेश करती है, अर्थात्:—

1. (1) इस आदेश का नाम उर्वरक (नियंत्रण) (तीसरा संशोधन) आदेश 1986 है।

(2) यह राजपत्र में प्रकाशन की तारीख को प्रवृत्त होगा।

2. (1) उर्वरक (नियंत्रण) आदेश, 1985 (जिसे इसमें इसके पश्चात् उक्त आदेश कहा गया है) की अनुसूची 1 में, (1) शीर्षक, "भाग—क उर्वरकों के विनिर्देश और उप-शीर्षक" 1 (च) सूक्ष्मपोषक के नीचे क्रम सं 0 2 और उससे सम्बन्धित प्रविष्टियों के पश्चात् निम्नलिखित क्रम संख्यांक और प्रविष्टियाँ अन्तःस्थापित की जाएंगी, अर्थात्:—

उर्वरक का नाम 1	विनिर्देश 2	
3. मिट्टी में उपयोजन के लिए बोरक्स (सोडियम टेट्राबोरेट) ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$)	(i) भार के आधार पर (B) के रूप में बोरोन के अंश का (ii) प्रतिशत, न्यूनतम भार के आधार पर जल में अविलेय पदार्थ का प्रतिशत अधिकतम। (iii) pH (iv) भार के आधार पर (Pb के रूप में) सीसा का प्रतिशत, अधिकतम।	10.5 1.0 9.0—9.5 0.003
4. फोलियर स्प्रे के लिए सोलुबर ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 5\text{H}_2\text{O} +$ $\text{Na}_2\text{B}_{10}\text{O}_{16} \cdot 10\text{H}_2\text{O}$)	(i) भार के आधार पर (B) के रूप में बोरोन के अंश का प्रतिशत न्यूनतम (ii) भार के आधार पर जल में अविलेय पदार्थ का प्रतिशत अधिकतम। (iii) भार के आधार पर (Pb) के रूप में सीसे का प्रतिशत अधिकतम।	19.0 1.0 0.003
5. तांबा सल्फेट ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)	(i) भार के आधार पर (Cu के रूप में) तांबे का प्रतिशत न्यूनतम। (ii) भार के आधार पर जल में अविलेय पदार्थ का प्रतिशत अधिकतम। (iii) भार के आधार पर (Fe के रूप में अभिव्यक्त) विलेय लौह और एलुमिनियम मिश्रण का प्रतिशत, अधिकतम। (iv) भार के आधार पर (Pb) के रूप में सीसे का प्रतिशत अधिकतम। (v) pH	24.0 1.0 0.5 0.003 3.0 से अन्यून

1	2	
6. फेरस सल्फेट ($\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$)	(i) भार के आधार पर (Fe के रूप में) फेरस लौह का प्रतिशत न्यूनतम।	19.0
	(ii) भार के आधार पर (H_2SO_4 के रूप में) अभिश्रित अम्ल (फ्री एसिड) का प्रतिशत, अधिकतम।	1.0
	(iii) भार के आधार पर (Fe के रूप में) कैरिक लौह का प्रतिशत अधिकतम।	0.5
	(iv) भार के आधार पर जल में अविलेय पदार्थ का प्रतिशत, अधिकतम।	1.0
	(v) pH	3.5 से अन्यून।
	(vi) भार के आधार पर (Pb के रूप में) सीसे का प्रतिशत, अधिकतम।	0.003
7. अमोनियम मोलिब्डेट [(NH_4) ₆ MO_7O_{24} $4\text{H}_2\text{O}$]	(i) भार के आधार पर (MO के रूप में) मोलिब्डेनम का प्रतिशत, न्यूनतम।	52.0
	(ii) भार के आधार पर जल में अविलेय पदार्थ का प्रतिशत अधिकतम।	1.0
	(iii) भार के आधार पर (Pb के रूप में) सीसे का प्रतिशत अधिकतम।	0.003
8. Zn—ई0 डी0 टी0 ए0 के रूप में चिले- टेड जस्ता।	(i) रूप सुप्रवाही खेदार/चूर्ण	
	(ii) Zn—ई0 डी0 टी0 ए0 के रूप में भार के आधार पर (Zn के रूप में अभिव्यक्त) जस्ता अंश का प्रतिशत न्यूनतम।	12.0
	(iii) भार के आधार पर (Pb के रूप में) सीसे का प्रतिशत अधिकतम।	0.003
	(iv) pH	6-8.5
9. Fe—ई0 डी0 टी0 ए0 के रूप में चिलेटेड लौह	(i) रूप सुप्रवाही खेदार/चूर्ण	
	(ii) Fe—ई0 डी0 टी0 ए0 के रूप में भार के आधार पर (Fe—के रूप में अभिव्यक्त) लौह अंश का प्रतिशत न्यूनतम।	12.0
	(iii) भार के आधार पर (Pb के रूप में) सीसे का प्रतिशत अधिकतम।	0.003
	(iv) pH	5.5-8.5

(2) शीर्षक "भाग-ख—विभिन्न उर्वरकों के लिए पौध-पोषक को सहन सीमा" के नीचे क्रम सं0 4 और उससे संबंधित प्रविष्टियों के पश्चात् निम्नलिखित क्रम सं0 और प्रविष्टियां जोड़ी जाएंगी, अर्थात् :—

5. बोरक्त, चिलेटेड जस्ता और चिलेटेड लौह—ई0 डी0 टी0 ए0 0.1
6. सोलुबर तांबा, सल्फेट जस्ता, सल्फेट, मैंगनीज सल्फेट और फेरस सल्फेट के लिए 0.2
7. अमोनियम मोलिब्डेट के लिए 0.5

(3) उक्त आदेश, की अनुसूची-2 में शीर्षक "भाग-ख-उर्वरकों के विश्लेषण की पद्धति" के नीचे, —

(1) उप-शीर्षक "7. जिक सल्फेट, कृषि श्रेणी के विश्लेषण की पद्धति" के नीचे क्रम सं० (iii) और उससे संबंधित प्रविष्टियों के स्थान पर निम्नलिखित क्रम संख्यांक और प्रविष्टियाँ रखी जाएंगी अर्थात:—

(iii) उपांतरित ई० डी० टी० ए० अनुमापन पद्धति द्वारा जस्ता सल्फेट में जस्ते का अवधारण:—

(क) अभिकर्मक :

(1) ई० डी० टी० ए० विलयन :

3.72 ग्राम डाइसोडियम एथिलीन डायमाइन टेट्राऐसेट डाइहाइड्रेट को आसुत जल में धोलें और 1 लिटर तक आयतन बनाएं ।

(2) मानक जस्ती विलयन :

लगभग 1.0 ग्राम जस्ता धातु तोलें और भार को सही रूप में अभिलिखित करें । इसे डब्ल्यू के रूप में प्रकट करें । जस्ता धातु के प्रति 20 ग्राम मिली लिटर के हिसाब से HC_1 (1:1) मिलाएं इसे कुछ घण्टों के लिए रखें और पूरी तरह से घुल जाने दें । विलयन आयतन ठीक-ठीक 000 मि० ली० तक बनाएं ।

(3) अमोनियम हाइड्रोआक्साइड (20 प्रतिशत) (मि/मी०) ।

(4) अमोनियम क्लोराइड ए० आर० ग्रेड लवण ।

(5) सोडियम साइनाइड ए० आर०/जी० आर० ग्रेड लवण ।

(6) ऐरिओक्रोम ब्लैक (टी) इंडिकेटर मिक्सचर :

1 ग्राम ऐरिओक्रोम ब्लैक (टी) इंडिकेटर को 100 ग्राम ए० (ए० आर०) ग्रेड सोडियम क्लोराइड में अच्छी तरह (क) से मिलाइए ।

(7) फार्मलडिहाइड एसिटिक अम्ल विलयन (4 प्रतिशत) :

लगभग 100 मि० लि० आसुत जल में 100 मि० लि० फार्मलडिहाइड (37-40 प्रतिशत) (घोलें) 40 मि० लि० ग्लेसियल एसिटिक अम्ल मिलाइए और आसुत जल से 1 लिटर तक आयतन बनाएं ।

(8) हाइड्रोक्सी लैमाइन हाइड्रोक्लोराइड :

ए० आर० ग्रेड ठोस लवण

टिप्पणी.—आसुत जल से कांच का आसुत जल अभिप्रेत है ।

(ख) प्रक्रिया :

(1) ई० डी० टी० ए० विलयन का मानिकीकरण :

(अ) 10 मि० लि० जस्ता धातु का (मानक) विलयन लें ।

(आ) लगभग 0.1 ग्राम अमोनियम क्लोराइड तथा 30 मि० लि० अमोनियम हाइड्रोआक्साइड विलयन (20 प्रतिशत) मिलाएं ।

(इ) लगभग 30 मि० लि० आसुत जल मिलाकर इसे तनु करें ।

(ई) चुटकी भर ऐरिओक्रोम ब्लैक (टी) इंडिकेटर मिक्सचर मिलाइए । यह लाल रंग देगा ।

(उ) स्पष्ट ब्लू एण्ड प्वाइंट प्राप्त करने के लिए इसका ई० डी० टी० ए० विलयन के साथ अनुमापन करें । वी० 1 मि० लि० के रूप में प्रयोग किए गए ई० डी० टी० ए० का आयतन नोट करें ।

(2) नमूनों में जस्ते का अनुमान :

(अ) दिए गए 1.0 ग्राम जस्ता सल्फेट के नमूने को ठीक-ठीक तोलें और इसे अनुमापी फ्लास्क में 100 मि० लि० आसुत जल में धोलें ।

- (आ) बीकर में 10 मि० लि० एलिकोट लें। 10.1 ग्राम हाइड्रोजनो लेमाइन हाइड्रोजनोक्लोराइड और 0.1 ग्राम अमोनियम क्लोराइड मिलाएं।
- (इ) सोडियम साइनाइड की थोड़ी मात्रा सावधानी से मिलाएं सफेद अवक्षेप दिखाई देगा। सोडियम साइनाइड तब तक मिलाते रहें जब तक कि हाथ से बीकर घुमाते समय सफेद अवक्षेप विलीन न हो जाए। लगभग 0.5 ग्राम अतिरिक्त सोडियम साइनाइड मिलाएं।
- (ई) लगभग 30 मि० लि० अमोनियम हाइड्रोजनोक्लोराइड (20 प्रतिशत) मिला करके, इसे तनु करें और लगभग 30 मि० लि० आसुत जल मिलाएं।
- (उ) चुटकी भर रेगीग्रोडोम ब्लैक (टी) इंडिकेटर मिक्चर मिलाएं। यह लाल रंग देगा।
- (ऊ) ई०डी०टी०ए० विलियन के साथ तब तक अनुमापन करने रहें जब तक यह वैजनी रंग में न बदल जाए (V_2) (मि० लि०) के रूप में उपयोग किए गए ई०डी०टी०ए० का आयतन नोट करें।
- (ए) उर्पयुक्त अनुमापन किए गए विलयन में 20 मि० लि० फार्मलाडिहाइड एसेटिक अमल विलयन मिलाएं और अच्छी तरह से मिला लें। लाल रंग फिर से दिखाई देगा।
- (ऐ) लाल आभारहित ब्लू एण्ड प्वाइंट प्राप्त करने के लिए ई०डी०टी०ए० विलियन के साथ इसका अनुमापन करें (V_3) मि० लि० के रूप में दूसरे अनुमापन में उपयोग की गई ई०डी०टी०ए० का आयतन नोट करें।

संगणना:

10

$$\text{जस्ता प्रतिशत} = \frac{10}{V_1} \times V_3 \times W$$

W = मानक जस्ता विलयन को तैयार करने हेतु लिए गए जस्ता धातु के टुकड़े का ग्राम में तोल।

V_1 = 10 मि० लि० जस्ता धातु विलयन के लिए उपयोग किए गए ई०डी०टी०ए० विलियन का (मि० लि०) में आयतन।

V_3 = दूसरे अनुमापन के लिए उपयोग किए गए ई०डी०टी०ए० विलियन (मि० लि०) में का आयतन।

- (ii) उप-शीर्षक "10. मैंगनीज सल्फेट कृषि श्रेणी के विश्लेषण को आनुकूलिक पद्धति" और उससे संबंधित क्रम संख्यांक तथा प्रविष्टियों के पश्चात् निम्नलिखित उपशीर्षक, क्रम संख्यांक और प्रविष्टियां अन्तःस्थापित की जाएंगी, अर्थात् :-
- (ii) बोरैक्स (सोडियम टेट्राबोरेट डेकाहाइड्रेट उर्वरक) की विश्लेषण पद्धति :
- (i) अभिकर्मकों की क्वालिटी :
- जब तक कि अन्यथा विनिर्दिष्ट न हो, परीक्षणों में शुद्ध रसायनों और कांच के आसुत जल का उपयोग किया जाएगा।

टिप्पणी.—शुद्ध रसायनों से ऐसे रसायन अभिप्रेत हैं जिनमें ऐसे अपद्रव अन्तर्दिष्ट नहीं हैं जो विश्लेषणों के परिणामों को प्रभावित करते हैं।

(ii) बोरोन का अवधारण:

(अ) परमाणवीय अवशोषण स्पेक्ट्रमी प्रकाशमापी पद्धति :

(क) अभिकर्मक :

(1) मानक बोरोन विलयन :

साफ वाच-ग्लास पर ए० आर० ग्रेड का 44.095 ग्राम सोडियम टेट्राबोरेट डेकाहाइड्रेट तोलें और इसे फनल के जरिए एक लिटर अनुमापी फ्लास्क में अन्तरित करें।

कांच के आसुत जल से वाच-ग्लास और फनल को कई बार प्रक्षाल करके अन्तरित करें। निशान तक आयतन बनाएं। फ्लास्क में डाट लगाकर विलयन को अच्छी तरह से हिलाएं। यह 5000 पी० पी० एम०

बोरोन का विलयन है जिसे इसके पश्चात् मानक "ए" कहा जाएगा। यह विलयन आगे प्रयोग करने के लिए साफ बोतल में रखा जाना चाहिए।

(2) कार्यकारी मानकों को तैयार करना :

मानक "ए" के निम्नलिखित आयतन को 50 मि० लि० अंकित अनुमापी फ्लास्कों में पिघेट करें और जल के साथ आयतन बनाएं।

फ्लास्क सं०	लिए गए मानक "ए" का आयतन (मि० लि०)	50 मि० लि० तक आयतन बनाने के पश्चात् बोरोन का सांद्रण (पी०पी०एम०)
1	2	3
1.	0.0	0.0
2.	4.0	400
3.	6.0	600
4.	8.0	800
5.	10.0	1000
6.	12.0	1200
7.	14.0	1400
8.	16.0	1600

(ख) प्रक्रिया:

(1) नमूना विलयन तैयार करना :

एक साफ वाच-ग्लास पर 2.500 ग्राम पदार्थ तोले और इसे मात्रा अनुसार फनल के जरिए 250 मि० लि० वाले अनुमापी फ्लास्क में जल से बार-बार प्रक्षाल करके अवतरित करें। आयतन तैयार करें, फ्लास्क में डाट लगाएं और अच्छी तरह से हिलाएं।

(2) विलयन को ज्वलित करना :

नाइट्रस आक्साइड एसोडिलोन ज्वलन का उपयोग करते हुए 249.8 एन० एम० के तरंगदैर्घ्य पर परमाणवीय अवशोषण स्पेक्ट्रोमी प्रकाशमापी पर मानकों और नमूना विलयन ज्वलित करें।

संगणना :

एक्स अक्ष पर उनके संबंधित बोरोन सांद्रण के मुकाबले में वाई० अक्ष पर अवशोषण मान का आलेखन करके बोरोन विलयकों के ज्ञात सांद्रण का मानक वक्र तैयार करें। मानक वक्र से प्राप्त बोरोन सांद्रण मान को 0.01 द्वारा गुणा करके दिए गए नमूने में बोरोन का प्रतिशत संगणित करें।

उदाहरण :

उर्वरक के नमूने का भार
बनाया गया आयतन
तनुकरण घटक

250 ग्राम
250 मि० लि०

-----250 = 100
2.5

परमाण्वीय अवशोषण से नमूने का पार्थक्य = वाई अवशोषण के मुकाबले में मानक वर्क में बोरोन का नत्संबंधी सांद्रण मान = नमूने में।

बोरोन की एक्स० पी० पी० एम० प्रतिशतता = 0.01 एक्स

(आ) टिट्रिमेट्रिक पद्धति :

(क) पद्धति की रूप रेखा :

बोरोक्स का अवधारण पहले हाइड्रोक्लोरिक अम्ल के साथ इसे बोरिक अम्ल में संपरिवर्तित करके और फिर मैनिटोल या सारबिटोल के साथ बोरिक अम्ल मिलाने के पश्चात् सोडियम हाइड्रोक्साइड विलयन के मुकाबले में अनुमापन करके किया जाता है।

(ख) अभिकर्मक :

- (1) मानक हाइड्रोक्लोरिक अम्ल—0.5N
- (2) मानक सोडियम हाइड्रोआक्साइड = 1.0N
- (3) मेथाइल रेड इंडिकेटर—60 मि० लि० परिशोधित स्पिरिट में 0.1 ग्राम पदार्थ घोलें और 100 मि० लिटर तक जल से तनु करें।
- (4) फिनोलपथलोन इंडिकेटर—100 मि० लि० परिशोधित स्पिरिट में 1 ग्राम पदार्थ घोलें।
- (5) मैनिटोल या सारबिटोल।

(ग) प्रक्रिया :

- (1) 60 मि० लि० जल में ठीक-ठीक तोले गए 3.0 ग्राम पदार्थ घोलें और सूचक के रूप में मैथाइल लाल विलयन का प्रयोग करते हुए हाइड्रोक्लोरिक अम्ल से अनुमापन करें।
- (2) विलयन को उबालें और ठण्डा करें।
- (3) 20 ग्राम मैनिटोल या सारबिटोल मिलाएं और सूचक के रूप में फिनोलपथलोन विलयन का प्रयोग करते हुए सोडियम हाइड्रोआक्साइड से अनुमापन करें।

संगणना :

भार के आधार पर बोरोन के अंश का प्रतिशत = 1.0819
वी० एन०

डब्ल्यू

वी = प्रयोग किए गए मानक सोडियम हाइड्रोआक्साइड का लि० लि० में आयतन,

एन = सोडियम हाइड्रोआक्साइड की प्रसामान्यता, और

डब्ल्यू = परीक्षण हेतु लिए गए पदार्थ का ग्राम में भार

(संदर्भ—आई० एस० आई० —1109-1980)

(iii) जल में अविलेय पदार्थ का अवधारण: वैसा ही जैसा पद्धति सं० 8 (7) (क) में है।

(iv) pH का अवधारण :

जल में 3.8 ग्राम पदार्थ घोलें और इसे 100 मि० लि० तक बनाएं। कांच के इलेक्ट्रोड का प्रयोग करके उपयुक्त pH मोटर की सहायता से विलयन के pH मान को मापें।

(v) सीसे का अवधारण :

वैसा ही जैसा पद्धति सं० 8 (v) में है जस्ता सल्फेट के स्थान पर बो रैक्म का प्रयोग करें ।

12. तांबा सल्फेट उर्वरक के विश्लेषण की पद्धति ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) :

- (1) अभिकर्मकों को क्वालिटी. — जब तक कि अन्यथा विनिर्दिष्ट न हो परीक्षणों में शुद्ध रसायनों और कांच के आसुत या विखनिजित जल का उपयोग किया जाएगा ।

टिप्पणी. — “शुद्ध रसायनों” से ऐसे रसायन अभिप्रेत हैं, जिनमें ऐसे अपद्रव्य अन्तर्विष्ट हैं, जो विश्लेषण के परिणामों को प्रभावित करते हैं । “विखनिजित जल से ऐसा जल” अभिप्रेत है जो धनायन और ऋणायन विनियम रेजिन या मिश्रित धनायन ऋणायन विनियम रेजित के माध्यम से आसुत जल गुजारने के पश्चात् प्राप्त होता है ।

(2) तांबे का अवधारण :

(अ) परमाण्वीय अवशोषण स्पेक्ट्रोमी प्रकाशमापी पद्धति :

(क) अभिकर्मक: जैसा कि 8 (iv) (क) (1) (2) और (3) में विनिर्दिष्ट है ।

(ख) प्रक्रिया:

(1) एक साफ वाच-ग्लास पर 0.25 ग्राम सामग्री तोलें और इसे फनल के माध्यम से एक लिटर अनुमापी प्लास्क में कांच के आसुत जल से बार-बार प्रक्षाल करके अन्नरिक करें । 10 प्रतिशत सल्फ्यूरिक अम्ल को एक मि० लि० मिलाए और आयतन तैयार करें ।

(2) 500 मि० लि० अनुमापी प्लास्क में तैयार किए गए विलयन का 5 मि० लि० लें और आयतन तैयार करें । विलयन को अच्छी तरह से हिलाएं और सूखे साफ प्लास्क में व्हाटमैन सं० 42 फिल्टर पत्र के माध्यम से छान लें प्लास्क को 10 से 15 मि० लि० फिल्टरित के द्वारा प्रक्षालित करना चाहिए और फिर फिल्टर करते रहें ।

(3) विलयन को ज्वलित करना: — वायु एसेटोलो ज्वाल का प्रयोग करके 324.8 एन० एम० तरंग दैर्ध्य पर परमाण्वीय अवशोषण स्पेक्ट्रोमी प्रकाशमापी पर मानकों और छाने हुए नमूनों को ज्वलित करें ।

संगणना: — तांबा विलयन के ज्ञात सांद्रणों का एक मानक वक्र ।

एक्स: — अक्ष पर संबंधित सांद्रण मान के मुकाबले में ।

वाई: — अक्ष पर अवशोषण मान का आलेखन करके तैयार करें ।

नमूने में तांबे का प्रति त-10 एक्स ।

डब्ल्यू

जहां डब्ल्यू परीक्षण के लिए गए पदार्थ का ग्राम में भार ।

एक्स — ग्राफ से अवधारित के रूप में (पी० पी० एम० में) तांबे का सांद्रण ।

(ग्रा) आयाडोमित अनुमान पद्धति :

(क) पद्धति की रूपरेखा :

तांबे का अवधारण पोटैशियम आयोडाइड को मिलाकर और मानक सोडियम थियो सल्फेट विलयन के मुकाबले निकाले गए आयोडीन का अनुमानन करके किया जाता है ।

(ख) अभिकर्मक :

(1) सोडियम कार्बोनेट — ए० आर० ग्रेड ।

(2) पोटैशियम आयोडाइड — ए० आर० — क्रिस्टल

(3) एसोटिक अम्ल — ए० आर० ग्रेड

(4) मानक सोडियम थियो सल्फेट विलयन 0.1 एम

(5) स्टार्च सूचक विलयन — 5 ग्राम स्टार्च और 0.01 ग्राम मरक्यूरिक आयोडाइड को 30 मि० लि० ठण्डे जल के साथ घोलें और इसे एक लिटर उबलते जल में धीरे-धीरे हिलाते हुए डालें । तीन मिनट तक उबालें । ठण्डा होने दें और अधिप्लवि स्वच्छ द्रव का निस्तार करें ।

(6) पोटेशियम थियोसाइनेट क्रिस्टल ।

(ग) प्रक्रिया :

(1) 50 मि० लि० जल में ठीक तोलें गए परीक्षण नमूने का लगभग 1 ग्राम घोलें ।

(2) एक चुटकी सोडियम कार्बोनेट तब तक मिलाएं जब तक कि हल्का आविलता दिखाई न दें । उसके पश्चात् 5 मि० लि० ऐसॉटिक अम्ल, 3 ग्राम पोटेशियम आयोडाइड मिलाएं और सूचक के रूप में स्टार्च का प्रयोग करके सोडियम थियोसल्फेट विलयन के साथ निकाले गए आयोडीन का तब तक अनुमापन करें जब तक कि केवल हल्का नीला रंग न रह जाए ।

(3) लगभग 2 ग्राम पोटेशियम थियोसाइनेट मिलाएं, हिलाएं और तब तक अनुमापन करते रहें जब तक कि नीला रंग विलीन न हो जाए ।

संगणना :

तांबा द्रव्यमान के आधार पर प्रतिशत 6.35 वी० एन०/एम० ।

जहां वी:—मानक सोडियम थियोसल्फेट विलयन का मि० लिटर में आयतन,

एन०—मानक थियोसल्फेट विलयन की सामान्यता, और

एम०—परीक्षण के लिए लिए गए नमूने का ग्राम द्रव्यमान ।

(संदर्भ : आई० एस० 261 (1982) ।

(iii) सीसे (Pb) का अवधारण :

वैसा ही जैसा पद्धति सं० 8 (V) में है ।

जस्ता के स्थान पर तांबा सल्फेट का प्रयोग करें ।

(iv) विलेय लौह और ऐल्यूमिनियम मिश्रण का अवधारण (Fe के रूप में अभिव्यक्त)

(क) पद्धति की रूपरेखा लौह और ऐल्यूमिनियम का अमोनियम हाइड्रोआक्साइड के साथ अवक्षेपण करके भारात्मक रूप से अवधारण किया जाता है ।

(ख) अभिकर्मक :

1. सांद्रित नाइट्रिक अम्ल = ए० आर० ग्रेड

2. अमोनियम क्लोराइड = ए० आर० ग्रेड

3. अमोनियम हाइड्रोआक्साइड—लगभग 15 प्रतिशत $\text{NH}_3 \text{ (M/V)}$ तनु करें ।

4. हाइड्रोक्लोरिक अम्ल—33 प्रतिशत (M/V) तनु करें ।

(ग) प्रक्रिया :

(1) 10 ग्राम परीक्षण नमूने लें और 25 मि० लि० जल, 2 मि० लि० नाइट्रिक अम्ल और 5 ग्राम अमोनियम क्लोराइड मिलाएं ।

(2) अमोनियम हाइड्रोआक्साइड विलयन मिलाकर विलयनों को क्षारीय बनाएं ।

(3) अधिक अमोनियम हाइड्रोआक्साइड, यदि आवश्यक हो तो मिलाकर विलयन को क्षारीय बनाए रखते हुए इसे जल-उष्मक पर तब तक रखें जब तक कि अवक्षेप अणित हो जाए ।

(4) अवशिष्ट को छानें और तनूकरण अमोनियम हाइड्रोआक्साइड से प्रक्षाल करें ।

(5) अवशिष्ट को गर्म तनूकरण हाइड्रोक्लोरिक अम्ल में घोलें ।

(6) अमोनियम हाइड्रोआक्साइड मिलाकर विलयन को पुनः क्षारीय बनाएं और अवक्षेपण को स्थिर होने दें ।

(7) अवशिष्ट को छानें और जल से प्रक्षाल करें ।

(8) अवशिष्ट को सुखाकर जलाएं और जब तक तोलें जब तक कि स्थिर द्रव्यमान प्राप्त न हो जाए ।

संगणना :

विलेय लौह और ऐल्यूमिनियम मिश्रण

(Fe के रूप में) द्रव्यमान के आधार पर प्रतिशत = 70 एम० ।

एम०

जहां म० 1 = प्राप्त अवशिष्ट का ग्राम में द्रव्यमान

(एम० 2 = परीक्षण के लिए लिये गए नमूने का ग्राम में द्रव्यमान) ।

(संदर्भ: आई० एस० 261—1982)।

(5) जल में अवलेय पदार्थ का अवधारण :

(क) अभिकर्मक :

(क) सांद्रित सल्फ्यूरिक अम्ल = ए० आर० ग्रेड

(ख) प्रक्रिया :

लगभग 10 ग्राम परीक्षण नमूना ठीक-ठीक तोलें और इसे 100 मि० लिटर जल में धोलें 3 मि० लिटर

सल्फ्यूरिक अम्ल मिलाएँ और सामान्य ताप पर पूरी तरह से हिलाएँ।

आधेय भारित फिल्टर पत्र या आधेय भारित सिट्रिट कांच के कूसिबल (जी० एन० 4) के जरिए छान लें जल से अवशिष्ट को तब तक प्रक्षाल करें जब तक कि यह अम्ल से मुक्त न हो जाए। 105° से 110° सैन्टीग्रेड पर बनाए रखे गए भट्टों पर फिल्टर पत्र या कूसिबल को तब तक सुखाएँ कि स्थिर द्रव्यमान प्राप्त न हो जाए।

संयोजना :

अवलेय पदार्थ, द्रव्यमान के आधार पर प्रतिशत = $\frac{\text{एम० 1} \times 100}{\text{एम० 2}}$

एम० 2

एम० 1 = प्राप्त किये गए अवशिष्ट का ग्राम में द्रव्यमान।

एम० 2 = परीक्षण के लिए लिए गए पदार्थ का ग्राम में द्रव्यमान।

एम० 1 - प्राप्त किये गए अवशिष्ट का ग्राम में द्रव्यमान।

(vi) pH का अवधारण :

(क) प्रक्रिया:

जल में 5 ग्राम परीक्षण नमूना धोलें और 100 मि० लि० तक आयतन बनाएं। उपयुक्त पी० एन० मोटर का प्रयोग करके कांच के इलेक्ट्रोड से pH का अवधारण करें।

13. फेरस सल्फेट के विश्लेषण की पद्धति :

(हेप्ताहाइड्रेट) ($\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) :

(i) अभिकर्मकों की क्वालिटी—जब तक कि अन्यथा विनिर्दिष्ट न हो, परीक्षणों में शुद्ध रसायनों और कांच के आसुत या विखनजित जल का प्रयोग किया जाएगा।

टिप्पणी.—“शुद्ध रसायनों” से ऐसे रसायन अभिप्रेत हैं, जिनमें से ऐसे अपद्रव अन्तर्विष्ट नहीं हैं जो विश्लेषण के परिणामों को प्रभावित करते हैं। विखनजित जल से ऐसा जल अभिप्रेत है जो घनायन और ऋणायन विनिमय रेजिन या मिश्रित घनायन-ऋणायन विनिमय रेजिन के माध्यम से आसुत जल गुजारने के पश्चात् प्राप्त होता है।

(ii) फेरस लौह का अवधारण :

(क) पद्धति की रूपरेखा—फेरस लौह के अंग का अवधारण मानक पोटेसियम परमैंगनेट विलयन के साथ अनुमान करके किया जाता है।

(ख) अभिकर्मक :—

(1) कनूकरण सल्फ्यूरिक अम्ल लगभग 4 एन।

(2) मानक पोटेसियम परमैंगनेट विलयन—0.1 एन।

(3) आथोफोस्फोरिक अम्ल।

(ग) प्रक्रिया:

- (1) तैयार किए गए नमूने के लगभग 5 ग्राम ठीक-ठीक तोलें और इसे जल में धोलें।
- (2) तनुकरण मल्फ्यूरिक अमल का 1 से 2 मि० लि० मिलाएं और अनुमापी फ्लास्क में विलयन को 250 मि० लिटर तक बनाएं।
- (3) किसी फ्लास्क में इस विलयन का ठीक-ठीक 50 मि० लि० पिपेट कर लें।
- (4) 10 मि० लि० तनुकरण मल्फ्यूरिक अमल और 2 मि० लि० आर्थोफास्फोरिक अमल मिलाएं और मानक पोटेशियम परमैंगनेट विलयन के साथ अनुमापन करें।

संगणना:—

फरम लौह, भार के आधार पर प्रतिशत = 27.92 पी० एन०

८

डब्ल्यू

जहां बी = प्रयुक्त मानक पोटेशियम परमैंगनेट का आयतन।

पी० एन० = मानक पोटेशियम परमैंगनेट विलयन की प्रामाण्यता।

डब्ल्यू = परीक्षण के लिए लिए गए पदार्थ का ग्राम में भार (संदर्भ: आई० एम०-262-1982)।

(iii) कुल लौह का अवधारण:—

(अ) पोटेशियम डाइक्रोमेट का प्रयोग करके टाइट्रिमेट्रिक पद्धति।

(क) पद्धति की रूपरेखा:—कुल लौह का अवधारण स्टेनस क्लोराइड में फेरिक लौह कम करके और फिर कुल फेरस लौह का मानक पोटेशियम डाइक्रोमेट विलयन के साथ अनुमापन करके किया जाता है।

(ख) अभिकर्मक:

- (1) सान्द्रित हाइड्रोक्लोरिक अम्ल।
- (2) स्टेनस क्लोराइड विलयन—6.0 ग्राम स्टेनस क्लोराइड क्रिस्टल ($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) 60 मि० लि० सान्द्रित हाइड्रोक्लोरिक अमल में धोलें और जल से तनु करके इसे 100 मि० लि० तक बना लें। इस विलयन को डाट लगी हुई बोतल में रखें।
- (3) मरक्यूरिक क्लोराइड विलयन संतृप्त।
- (4) सान्द्रित सल्फ्यूरिक अम्ल।
- (5) डाइफिनाइलमोन सूचक—0.1 ग्राम डाइफिनाइलमोन 100 मि० लिटर सान्द्रित मल्फ्यूरिक अमल में धोलें।
- (6) मानक पोटेशियम डाइक्रोमेट विलयन—1.0 एन।

(ग) प्रक्रिया:

- (1) तैयार किए गए नमूने के लगभग 5 ग्राम ठीक-ठीक तोलें और इस जल में धोलें।
- (2) 1 से 2 मि० लि० तनुकरण मल्फ्यूरिक अमल मिलाएं और किसी भी अनुमापी फ्लास्क में 250 मि० लिटर तक आयतन बनाएं।
- (3) इस विलयन का 50 मि० लि० एलिकाट लें और 10 मि० लि० सान्द्रित हाइड्रोक्लोरिक अमल मिलाएं और उबलने तक गर्म करें।
- (4) फेरिक क्लोराइड को पीले रंग के विलोम हो जाने तक स्टेनस क्लोराइड विलयन मिलाकर लौह को कम करें स्टेनस क्लोराइड 2 से 3 बूंद से अधिक न मिलाएं।
- (5) विलयन को ठण्डा करें, शीघ्रता से मरक्यूरिक क्लोराइड विलयन मिलाएं और हिलाएं ताकि यह संकेत करते हुए मरक्यूरिक क्लोराइड का संकेत अवक्षेप धीरे-धीरे तैयार हो जाए कि स्टेनस क्लोराइड कुछ अधिक मात्रा में विद्यमान है।
- (6) इसे 5 से 10 मिनट तक ऐसे ही रखें 150 से 200 मि० लि० तक तनु करें और 5 मि० लिटर फास्फोरिक अम्ल और 5 बूंद डाइफिनाइलमोन सूचक मिलाएं। मानक पोटेशियम डाइक्रोमेट विलयन के साथ तब तक अनुमापन करें जब तक कि विलयन का रंग गाढ़ा नीला न हो जाए, जो हिलने पर फीका नहीं पड़ता।

संगणना:

कुल लौह भार के आधार पर प्रतिशत = 27.92 पी० एन०

डब्ल्यू

जहां बी-अनुमापन में प्रयुक्त पोटेसियम डाइक्रोमेट का मि० लि० में आयतन की प्रमामान्यता और डब्ल्यू-एलिकोट में विद्यमान पदार्थ का ग्राम में भार।

(संदर्भ: आई० एस० 962-1967)।

(आ) परमाण्वीय अवशोषण स्पेक्ट्रमी प्रकाशमापी पद्धति :

(क) अभिकर्मक:

- (1) मानक लौह विलयन - 1000 ppm 1 ग्राम शुद्ध लोह के तार को ठीक-ठीक तोलें और इसे एक बीकर में 30 मि० लि० 6 N.HCP में रखें और उबालें। इसे फनल के माध्यम से बीकर और फनल को कांच के आसुत जल से कई बार प्रक्षाल करके एक लिटर अनुमापी फ्लास्क में अंतरित करें। निशान तक आयतन बनाएं फ्लास्क में डाट लगा दें और विलयन को अच्छी तरह से हिलाएं। यह 1000 ppm लौह विलयन है।
- (2) pH 2.5-0.5 कांच का आसुत या खनिजित जल लें।
- (3) कार्यकारी मानक तैयार करना.-- 100 मि० लिटर अनुमापी फ्लास्क में 10 मि० लि० लौह स्टॉक विलयन पिपेट करें और आयतन तनु करें। यह 100 ppm लौह विलयन है। 50 मि० लिटर अंकित अनुमापी फ्लास्क में 100 ppm लौह विलयन निम्नलिखित आयतनों तक पिपेट करें और अम्लीकृत जल से आयतन बनाएं।

फ्लास्क सं०	लिए गए 100 ppm मानक लौह विलयन का आयतन (मि० लि०)	50 मि० लि० तक बनाने के पश्चात् लौह का सांद्रण (ppm)
1	0.0	0.0
2	1.0	2.0
3	2.0	4.0
4	3.0	6.0
5	4.0	8.0
6	5.0	10.0
7	6.0	12.0
8	7.0	14.0
9	8.0	16.0
10	9.0	18.0
11	10.0	20.0

फ्लास्क में डाट लगा दें और विलयन को अच्छी तरह से हिलाएं।

(ख) प्रक्रिया:

- (1) फेरस उर्वरक नमूना तैयार करना.-- एक स्वच्छ कांच पर 1.000 ग्राम पदार्थ ठीक-ठीक तोलें और इसे फनल के माध्यम से एक लिटर अनुमापी फ्लास्क में अम्लीकृत जल से बार-बार प्रक्षाल करते हुए अंतरित करें और पदार्थ को अच्छी तरह हिला कर घोलें। निशान तक अम्लीकृत जल से आयतन बनाएं और अच्छी तरह से हिलाएं।
- (2) 5 मि० लि० तैयार किए गए विलयन 100 मि० लि० अनुमापी फ्लास्क में लें और अम्लीकृत जल से आयतन बनाएं। विलयन को अच्छी तरह से हिलाएं और सूखे साफ फ्लास्कों में ह्वाटमैन सं० 42 फिल्टर पत्र में से छोड़ें। फ्लास्कों को 10 से 15 मि० लि० फिल्टरित से प्रक्षालन करना चाहिए और तब फिल्टरन जारी रखें।

- (3) विलयन को ज्वलित करना.-- मानक और फिल्टरित नमूने को परमाण्वीय अवशोषण स्पेक्ट्रमी प्रकाशमापी पर प्रत्यक्ष वायु ऐसीटिनीन ज्वाला का प्रयोग करते हुए 248.3 nm तरंगदैर्घ्य पर ज्वलित करें।

संगणना :

लोह विलयनों के ज्ञात सांद्रणों की एक मानक वक्र एक्स-ग्रथ्य पर संबंधित लोह सांद्रणों के मुकाबले में वाई-ग्रथ्य पर अवशोषण मान का आलेखन करके बनाए गए ग्राफ से नमूना विलयन में लोह की सांद्रण अवधारित करें।

कुल लोह % 2. एक्स

उल्लेख

यहाँ एक्स = मानक वक्र से प्राप्त की (ppm) सांद्रण

उल्लेख = परीक्षण के लिए लिये गए पदार्थ का ग्राम में भार।

(iv) फेरिक लोह का अवधारण.—नमूने में फेरिक लोह का प्रतिशत प्राप्त करने के लिए कुल लोह प्रतिशत से फेरस लोह प्रतिशत का मान घटाएँ।

(संदर्भ: आई 0 एस 0 262-1967)

(v) pH का अवधारण.—नमूने के 5.0 ग्राम को 10 मि० लि० ताजे उबले और ठंडा किए गए जल में घोले और कांच का इलेक्ट्रोड का प्रयोग करते हुए pH मीटर द्वारा pH का अवधारण करें।

(vi) जल में अविलेय पदार्थ का अवधारण.—वैसा ही जैसा कि पद्धति 8 (vi) में है।

(vii) सीसे का अवधारण—वैसा ही जैसा कि पद्धति 8 (v) में है जस्ता सल्फेट के स्थान पर फेरस सल्फेट का प्रयोग करें।

14. अमोनियम मोलिब्डेट के विश्लेषण की पद्धति $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$

(I) अभिकर्मकों की क्वालिटी :

जब तक कि अन्यथा विनिर्दिष्ट न हो, परीक्षणों में शुद्ध रसायनों और कांच के आसुत या विखनिजित जल का प्रयोग किया जायेगा।

टिप्पणी:—“शुद्ध रसायनों” से ऐसे रसायन अभिप्रेत हैं जिनमें ऐसे अपद्रव्य अन्तर्विष्ट नहीं हैं जो विश्लेषण के परिणामों को प्रभावित करते हैं। “विखनिजित जल” से ऐसा जल अभिप्रेत है जो घनायन और ऋणायन विनिमय रेजिन या मिश्रित घनायन ऋणायन विनिमय रेजिन के माध्यम से आसुत जल गुजारने के पश्चात् प्राप्त होता है।

(ii) मोलिब्डेनम का अवधारण :

(अ) परमाण्वीय अवशोषण स्पेक्ट्रोमी प्रकाशमापी पद्धति :

(क) अभिकर्मक :

(1) पोटेशियम सल्फेट-25 ग्राम AR पोटेशियम सल्फेट 1 लिटर आसुत जल में घोलें।

(2) मानक मोलिब्डेनम विलयन—

1.5 ग्राम मोलिब्डेनम ट्राइआक्साइड (Mo_2O_3) की तोलें और इसे फनेल के माध्यम से एक लिटर अनुमापी फ्लास्क में बीकर और फनेल को कांच के आसुत जल से कई बार प्रक्षाल करके अन्तर्गत करें निशान तक आयतन बनाएं। यह 1000 ppm मानक मोलिब्डेनम विलयन है।

(3) कार्यकारी मानक तैयार करना —

100 मि०लि० अंकित अनुमापी फ्लास्कों में 1000 मानक Mo विलयन का निम्नलिखित अद्यातन पिपेट करें। प्रत्येक फ्लास्क में 20 मि०लि० पोटेशियम सल्फेट विलयन मिलाएं और 100 मि०लि० तक आयतन बनाएं फ्लास्क में डाट लगाएं और उन्हें अच्छी तरह से हिलाएं।

फ्लास्क संख्या	किए गए 1000 ppm विलयन का आयतन (मि० लि०)	मिलाए गए पोटेशियम सल्फेट का आयतन (मि० लि०)	100 मि० लि० आयतन बनाने के पश्चात् मोलिब्डेनम का सांद्रण (ppm)
1	2	3	4
1	0.0	20.0	0
2	2.0	20.0	20

1	2	3	4
3	3.0	20.0	30
4	4.0	20.0	40
5	5.0	20.0	50
6	6.0	20.0	60

(ख) प्रक्रिया :

- (1) अमोनियम मोलिब्डेट उर्वरक नमूना तैयार करना—एक साफ कांच ग्लास पर 0.1 ग्राम पदार्थ ठीक-ठीक तोलें और इसे फनेल के माध्यम से कई बार प्रक्षाल करके 100 मि० लि० के एक अनुमापी फ्लास्क में अन्तर्लित करें और अच्छी तरह से हिलाकर पदार्थ को घोल लें। निशान तक आयतन बना लें।
- (2) तैयार किए गए विलयन में से 10 मि० लि० एक 100 मि० लि० के अनुमापी फ्लास्क में लें इसमें 20 मि० लि० पोटैशियम सल्फेट विलयन मिलाएं और निशान तक आयतन बना लें।
- (3) विलयन को ज्वलित करना—मानक और फिल्टरित नमूनों को परमाण्वीय अवशोषण स्पेक्ट्रोमी प्रकाशमापी पर नाइट्रसआक्साइड-एसीटिवीन ज्वाला का प्रयोग करते हुए 313.3 ppm के तरंग दैर्घ्य पर ज्वलित करें।

संगणना :

मोलिब्डेनम विलयन के ज्ञात सांद्रण का एक मानक वक्र संबंधित एक्स-प्रक्ष मोलिब्डेनम सांद्रण के मुकाबले में वाईप्रक्ष पर अवशोषण मान का आलेखन करके तैयार करें।

$$\text{एम० ओ० का प्रतिशत} = \frac{\text{एक्स}}{10 \text{ डब्ल्यू}}$$

10 डब्ल्यू

जहां एक्स = ग्रंथांकन वक्र से प्राप्त मोलिब्डेनम (ppm) का सांद्रण

डब्ल्यू = परीक्षण के लिए लिए गए पदार्थ का ग्राम में भार।

(आ) मोलिब्डेनम के अवधारण के लिए वर्णमितीय पद्धति :

(क) पद्धति की रूपरेखा :

ग्राम्ल विलयन में मोलिब्डेनम (Vi) जब स्टैनस क्लोराइड (जो लवु फेरस आयन की मौजूदगी में सबसे अच्छा है) के साथ उपचार किया जाए तो अधिकांशतः मोलिब्डेनम (V) में संपरिवर्तित हो जाता है। इससे थायोसाइनेट आयन के साथ एक सम्मिश्रण सम्भवतः अधिकांशतः $\text{Mo}(\text{SCN})_4$ तैयार होता है जो लाल रंग का होता है। पश्चातवर्ती को डोनर आक्रमीजन परमाणु (3-मिथाइलबूटानाल को प्राथमिकता दी जाती है) वाले विलायकों से निकाला जा सकता है। रंग ग्राम्ल के सांद्रण (इष्टतम सांद्रण/1 एस) और थायोसाइनेट आयन के सांद्रण (K 1.0 प्रतिशत किन्तु रंग की प्रगाढ़ता 2-10 प्रतिशत के रेंज में स्थिर रहती है) पर निर्भर करता है यह स्टैनस क्लोराइड के आधिक्य से कम ही प्रभावित होता है। मोलिब्डेनम सम्मिश्रण का अधिकतम अवशोषण 465 nm पर है।

(ख) सांघिन्न :

1. फोटोमीटर—कोई भी उपयुक्त प्रकाशविद्युत वर्णमिति।

(ग) अभिकर्मक :

1. मानक मोलिब्डेनम विलयन—(0.001 प्रतिशत मोलिब्डेनम)—0.184 ग्राम AR अमोनियम मोलिब्डेनम $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{40} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ एक साफ वायु ग्लास पर तोलें और फनेल द्वारा

वाच ग्लास और फनेल को कांच के आमुत जल से कई बार प्रक्षाल करके एक लिटर अनुमापी फ्लास्क में अंतरित करें। निशान तक आयत बनाएं। इस विलयन में से 10 मि०लि० एक 100 मि०लि० अनुमापी फ्लास्क में पिपेट और निशान तक आयतन बनाएं। यह 0.001 प्रतिशत एम० ओ० विलयन देता है।

2. फेरस अमोनियम सल्फेट—10 ग्राम ए०आर० फेरस अमोनियम सल्फेट लवण 100 मि०लि० अति तनुकरण H_2SO_4 में घोलें।
3. स्टैनस क्लोराइड विलयन—10 ग्राम ए०आर० स्टैनस क्लोराइड डाइहाइड्रेट 100 मि०लि०/1M हाइड्रोक्लोरिक अम्ल में घोलें।
4. पोटेशियम थायोसाइनेट विलयन—10 ग्राम ए०आर० पोटेशियम थायोसाइनेट लवण 100 मि०लि० आमुत पानी में घोलें।
5. आई०सी०-एम्पूल एल्कोहल।

(घ) नमूना तैयार करना.—0.1 ग्राम नमूने को एक साफ वाच ग्लास पर तोले और इसे फनेल द्वारा वाच ग्लास और फनेल को कांच के आमुत जल से कई बार प्रक्षाल करके एक लिटर अनुमापी फ्लास्क में अंतरित करें निशान तक आयतन बनाएं। इस विलयन में से 5 मि०लि० एक 100 मि०लि० अनुमापी फ्लास्क में पिपेट और निशान तक आयतन बनाएं।

(ङ) प्रक्रिया :

- (1) 0.001 प्रतिशत मोलिब्डेनम विलयन (जिसमें 0.01 मि०ग्रा०, 0.02 मि०ग्रा०, 0.03 मि०ग्रा० 0.04 मि०ग्रा० और 0.05 मि०ग्रा० मोलिब्डेनम अन्तर्विष्ट हो) के 1.0, 2.0, 3.0, 4.0, और 5.0 मि०लि० को 50 मि०लि० क्षमता वाले पृथक्कारी फनेलों में रखें और प्रत्येक को समान आयतन के जल में तनु करें।
- (2) प्रत्येक फनेल में 2.0 मि०लि० सांद्रण HCl 1.0 मि०लि० अमोनियम फेरस सल्फेट और 3.0 मि०लि० पोटेशियम थायोसाइनेट विलयन मिलाएं।
- (3) इसे हल्के से हिलाएं और फिर इसमें 3.0 मि०लि० स्टैनस क्लोराइड विलयन मिलाएं।
- (4) प्रत्येक पृथक्कारी फनेल में कुल आयतन 25 मि०लि० तक लाने के लिए जल डालें और मिला लें।
- (5) प्रत्येक फनेल में पुनःआमुत 3-मिथाइल-बूटानाल (आई०सी० एम्पूल एल्कोहल) का 10 मि०लि० पिपेट करें और प्रत्येक को अलग-अलग 30 सेकंड तक हिलाएं।
- (6) इस प्रावस्था को अलग-अलग होने दें और सावधानीपूर्वक नीचे के जलीय परत को हटा दें।
- (7) कांच के डाट को हटा दें और एल्कोहल सार को छोटे-छोटे फनेल में शोधित कांच तंतु के छोटे प्लग में से और कार्बनिक सार को 1.0 से०मि० अवशोषण सेल में एकत्रित करें।
- (8) 3-मिथाइलबूटानाल ब्लैक के मुकाबले में एक स्पेक्ट्रोमी प्रकाशमापी में 465 nm पर अवशोषण को माप करें।
- (9) मानक मोलिब्डेनम विलयनों के सान्द्रण के मुकाबले में अवशोषण आलेखित करें और अंशांकन वक्र खींचें।
- (10) नमूना विलयन का 10 मि०लि० लें और इसका अवशोषण का अवधारण अंशांकन वक्र का प्रयोग करके ठीक उसी तरह उपचार करके करें जैसा मानक विलयनों के लिए किया जाता है। नमूना विलयन में मोलिब्डेनम का तत्समान सान्द्रण अवधारित करें।

संगणना :

2000 एक्स

Mo प्रतिशत = —————

वाई × डब्ल्यू

जहाँ एक्स=परीक्षण विलयन की मोलिड्डेनम का (मि० ग्राम में) सांद्रण
वाई=परीक्षण के लिए लिए गए नमूना विलयन का आयतन
डब्ल्यू=नमूना विलयन तैयार करने के लिए लिए गए पदार्थ का ग्राम में भार।

(संदर्भ : ब्रोग्लम टेक्स्ट बुक फ्रॉम इन्स्टिट्यूट एनालिसिस)

(iii) जल में अविलेय पदार्थ का अवधारण :

(क) प्रक्रिया :

25.0 ग्राम पदार्थ को 125 मि०लि० जल में घोलें। इसे तोले हुए और तैयार किये गए गूच कूसिबल या मिटरित ग्लास कूसिबल (जी०सं० 4) में से फिल्टर करें और अवशिष्ट को जल में अच्छी तरह प्रक्षाल करें कूसिबल को स्थिर द्रव्यमान तक $110^{\circ} \times 8^{\circ}$ पर सुखाएं।

(ख) संगणना :

जल में अविलेय पदार्थ का भार के आधार पर प्रतिशत-ए।

जहाँ ए=अवशिष्ट का ग्राम में भार।

(iv) सीसे का अवधारण :

वैमा ही जैसा पद्धति सं० 8 (V) में है। जस्ता सल्फेट के स्थान पर अमोनियम मोलिड्डेट का प्रयोग करें।

15. चिलेटेड जस्ता के विश्लेषण की पद्धति ($Zn-ई०डी०टी०ए०$ के रूप में)

(i) अभिकर्मक :

(क) ई०डी०टी०. विलयन-(0.05)-18.612 ग्राम डाइसोडियम एथिलीन डाइएमीन टेट्राऐसिटेट डाइहाइड्रेट (ई०डी०टी०.ए.) आसुत जल में घोलें और एक लिटर तक आयतन बनाएं।

(ख) मानक जस्ता विलयन (1000 ppm)

एक बीकर में 1.0 ग्राम जस्ता धातु ठीक-ठीक तोलें।

20 मि० लि० $\times HCl$ (1:1) मिलाएं। इसे कुछ घंटे के लिए रखें और इसे पूरी तरह से घुलने दें। इस विलयन को 1 लिटर अनुमापी फ्लास्क में अंतरित करें। निशान तक आयतन बनाएं।

(ग) सांद्रित अमोनिया विलयन (विशेष ग्रेड 0.88)

(घ) अमोनियम नाइट्रेट-AR ग्रेड लवण।

(ङ) बकर विलयन (pH--10)--8.0 ग्राम AR ग्रेड अमोनियम नाइट्रेट 65 मि०लि० जल में घोलें और 35 मि० लि० सांद्रित अमोनिया विलयन (विशेष ग्रेड 0.88) मिलाएं।

(च) एरियोक्रोम ब्लैक (T) इंडिकेटर मिक्चर--100 ग्राम AR ग्रेड पोटेशियम नाइट्रेट के साथ 1 ग्राम एरियोक्रोम ब्लैक (T) इंडिकेटर अच्छी तरह से मिलाएं।

(छ) हाइड्रोक्सीलफाइन हाइड्रोक्लोराइड--AR ग्रेड

(ज) पोटेशियम साइयानाइड-ग्रेड (अत्यधिक सावधानी से प्रयोग किया जाए) 15 प्रतिशत जलीय विलयन।

(झ) मैग्नीज सल्फेट विलयन--11.15 ग्राम AR ग्रेड मैग्नीज सल्फेट 1 लिटर आसुत जल में घोलें।

(ञ) सोडियम फ्लूराइड AR ग्रेड

(ii) नमूना विलयन तैयार करना.--1.0 ग्राम नमूने की ठीक-ठीक तोलें और इसे 100 मि०लि० अनुमापी फ्लास्क में अंतरित करें। आसुत जल आयतन बनाएं। इसे रात भर रखें।

(3) प्रक्रिया :

(क) ई०डी०टी०ए० विलयन का मानकीकरण

(1) 10 मि०लि० जस्ता विलयन (मानक) लें।

(2) इसमें 30 मि०लि० आसुत जल मिलाकर इसे तनु करें।

(3) 10 मि०लि० बकर विलयन और 30-40 मि०ग्रा० सूचक मिश्रण मिलाएं।

- (4) ई0डी0टी0ए0 विलयन के साथ अनुमापन साफ ब्लू एण्ड प्वाइंट प्राप्त होने तक अनुमापन करें। व्ही₁ मि0लि0 के रूप में प्रयोग किए गए ई0डी0टी0ए0 का आयतन नोट करें।

(ख) मैंगनीज सल्फेट विलयन का मानकीकरण :

- (1) 25 मि0लि0 मैंगनीज सल्फेट विलयन।
- (2) इसमें 100 मि0लि0 आसुत जल मिलाकर इसे तनु करें।
- (3) 0.25 ग्राम हाइड्रोक्सीलमाइन हाइड्रोक्लोराइड और 10 मि0लि0 बकर विलयन मिलाएं।
- (4) 30-40 मि0ग्रा0 सूचक मिश्रण मिलाएं।
- (5) ई0डी0टी0ए0 विलयन के साथ साफ ब्लू एण्ड प्वाइंट प्राप्त होने तक अनुमापन करें। व्ही₂ मि0लि0 के रूप में प्रयोग किए गए ई0डी0टी0ए0 का आयतन नोट करें।

(ग) Zn-ई0डी0टी0ए0 उर्वरक के ई0डी0टी0 अक्ष का अवधारण :

- (1) 10 मि0लि0 नमूना विलयन लें।
- (2) इससे 100 मि0लि0 आसुत जल मिलाकर इसे तनु करें।
- (3) 0.25 ग्राम हाइड्रोक्सीलमाइन हाइड्रोक्लोराइड मिलाएं।
- (4) 10 मि0लि0 बकर विलयन और 30-40 मि0ग्रा0 सूचक मिश्रण मिलाएं।
- (5) 40° से 0 तक गर्म करें और मानक ई0डी0टी0ए0 विलयन (अधिमानत: चुम्बकीयत: हिलाते हुए) के साफ-साफ ब्लू एण्ड प्वाइंट होने तक अनुमापन करें। व्ही₃ मि0लि0 के रूप में प्रयोग किए गए ई0डी0टी0ए0 का आयतन नोट करें।
- (6) एण्ड प्वाइंट के पश्चात् 2.5 ग्राम सोडियम फ्लूओराइड मिलाएं और एक मिनट तक हिलाएं।
- (7) इस मानक का मानक मैंगनीज सल्फेट विलयन के साथ धीरे-धीरे स्थायी लाल रंग प्राप्त होने तक अनुमापन करें व्ही₄ मि0लि0 के रूप में मिलाएं गए मैंगनीज सल्फेट का आयतन नोट करें।
- (8) 1 मिनट तक हिलाएं।
- (9) मैंगनीज आयन की अधिक मात्रा का ई0डी0टी0ए0 विलयन के साथ शुद्ध नीला रंग बदलने तक अनुमापन करें। व्ही₅ मि0लि0 के रूप में प्रयोग किए गए ई0डी0टी0ए0 का आयतन नोट करें।
- (10) दूसरे एण्ड प्वाइंट (चरण 9) के पश्चात् 4-5 मि0लि0 15 प्रतिशत जलीय पोटेशियम सायनाइड विलयन मिलाएं।
- (11) मैंगनीज सल्फेट विलयन के साथ इसका शीघ्रता से नीले से लाल रंग बदलने तक अनुमापन करें। व्ही₆ मि0लि0 के रूप में मिलाएं गए मैंगनीज सल्फेट विलयन का आयतन नोट करें।

संगणना :

ई0डी0टी0ए0 विलयन (एम₁) की मोलरता =

मानक जस्ता विलयन की मोलरता × लिए गए मानक जस्ता विलयन का आयतन

(व्ही₁) प्रयुक्त किए गए ई0डी0टी0ए0 का आयतन

मानक मैंगनीज सल्फेट विलयन (एम₂) की मोलरता = एम₁ × व्ही₂

लिए गए मानक मैंगनीज सल्फेट विलयन का आरतन Zn के अनुमापन में प्रयुक्त ई0डी0टी0ए0 के मिल्लीमोल की संख्या + अन्य धातु (ए) = एम₁ × व्ही₃ सोडियम फ्लूओराइड द्वारा अलग किए गए ई0डी0टी0ए0 के मिल्लीमोल की संख्या (बी) = एम₂ व्ही₄ - एम₁ व्ही₅ इस प्रकार जस्ता (सी) के अनुमापन के लिए प्रयुक्त ई0डी0टी0ए0 के मिल्लीमोल की संख्या (सी) = ए - बी परन्तु KCN द्वारा अलग किए गए ई0डी0टी0ए0 के मिल्लीमोल की संख्या - (डी) = एम₂ - व्ही₆ इस प्रकार Zn - ई0डी0टी0ए0 में अन्तर्विष्ट ई0डी0टी0ए0 के मिल्लीमोल की संख्या नमूना = डी - सी ई0डी0टी0ए0 प्रतिशत = 372.24 (डी - सी)

नमूने में मैग्नेशियम का प्रतिशत = $24.31 \times बी$

मुक्त जस्तों का प्रतिशत = $65.38 \times सी$

ई0डी0टी0ए0 के साथ चिलेटेड जस्ते का प्रतिशत = $65.38 (डी - सी)$

(संदर्भ: बोगल्स टेक्स्ट बुक आफ क्वांटिटेटिव इनऑरगानिक एनालिसिस)

16. चिलेटेड लौह के विश्लेषण की पद्धति (Zn -ई0डी0टी0ए0 के रूप में)

(i) अभिकर्मकों की क्वालिटी.—जब तक कि अन्यथा विनिर्दिष्ट न हो परीक्षणों में शुद्ध रसायन और कांच के आमुत या विर्बावजित जल का प्रयोग किया जायेगा।

टिप्पण.—‘शुद्ध रसायनों’ से ऐसे रसायन अभिप्रेत हैं जिनमें ऐसे अपद्रव नहीं हैं जो विश्लेषण के परिणामों को प्रभावित करते हैं। ‘विर्बावजित जल’ से ऐसा जल अभिप्रेत है जो घनायन और ऋणायन विनिमय रेजिन या मिश्रित घनायन ऋणायन विनिमय रेजिन के माध्यम से आमुत जल पश्चात् प्राप्त होता है।

(ii) चिलेटेड लौह का अवधारण:

(क) अभिकर्मक:

(1) सोडियम हाइड्रोआक्साइड विलयन 0.5 N, 20 ग्राम NaOH को जल में घोलें और 1 लिटर तक तनु करें।

(2) डाइसोडियम ई0डी0टी0ए0 विलयन—0.66 प्रतिशत, 0.73 ग्राम Na_2H_2 ई0डी0टी0ए0 $2H_2O$ को जल में घोलें और 100 मि0लि0 तक तनु करें।

(3) लौह मानक विलयन—

(अ) स्टाक विलयन—(1000ppm) 1.000 ग्राम शुद्ध Fe तार क्वकन के साथ लगभग 30 मि0लि0 6N HCl में घोलें। किसी अनुमापी फ्लास्क में आमुत जल से 1 लिटर तक तनु करें।

(आ) मध्यवर्ती विलयन—(100 ppm) 10 मि0लि0 लौह स्टाक विलयन और 10 मि0लि0 ua_2h_2 ई0डी0टी0ए0 विलयन को 100 मि0लि0 वाले अनुमापी फ्लास्क में पिपेट करें और आयतन तक तनु करें।

(ई) कार्यकारी विलयन—100 ppm मध्यवर्ती विलयन के निम्नलिखित आयतन 50 मि0लि0 अंकित अनुमापी फ्लास्क में पिपेट करें और 0.5 N HCl के साथ आयतन बनाएं।

फ्लास्क संख्या	लिए गए 100 ppm मानक लौह विलयन का आयतन (मि0लि0)	50 मि0लि0 तक आयतन बनाने के पश्चात् का सांद्रण (ppm)
1	1.0	2.0
2	2.0	4.0
3	3.0	6.0
4	4.0	8.0
5	5.0	10.0
6	6.0	12.0
7	7.0	14.0
8	8.0	16.0
9	9.0	18.0
10	10.0	20.0

(ख) साधित वायु/एसोटिलोन ज्वाला सहित परमाण्वीय अवशोषण स्पेक्ट्रमी प्रकाशमापी :

(ग) प्रक्रिया :

(1) नमूना विलयन तैयार करना :

(अ) लगभग 40 मि०ग्रा० Fe वाले नमूने को 200 मि०लि० के लम्बे आकार के बीकर में तोलें।

(आ) 2-3 बूंद ऐल्कोहल से गोला करें और 100 मि०लि० जल में घोलें।

(इ) 30 प्रतिशत H_2O_2 की 4 बूंदें मिलाएं मिश्रण करें और विलयन का pH 0.5 N NaOH के साथ 8.5 तक समायोजित करें। यदि pH 8.8 से ऊपर प्रवाहित होता है तो विलयन को निकाल दें और विश्लेषण दुबारा करें।

(ई) विलयन को 200 मि०लि० वाले अनुमापी फ्लास्क में अंतरित करें और जल से आयतन तक तनु करें और मिश्रण करें।

(उ) क्वांटिटेटिव पेपर द्वारा विलयन को फिल्टर करें।

(ऊ) 1 मि०लि० फिल्टरित 200 मि०लि० वाले अनुमापी वाले फ्लास्क में पिपेट करें और 0.5N HCl से आयतन तक की तनु करें।

(2) विलयन ज्वलित करना :

मानक और नमूना विलयन को परमाण्वीय अवशोषण स्पेक्ट्रमी प्रकाशमापी पर वायु एसोटिलोन ज्वाला का प्रयोग करके 248.3 को तरंगदैर्घ्य पर ज्वलित करें। उसी रीति से प्रयुक्त सभी अभिकर्मकों पर ब्लैंक का अवधारण करें।

संगणना :

Fe विलयन के ज्ञात सांद्रण का एक मानक वक्र एकस अक्ष पर संबंधित Fe सांद्रण के मुकाबले में वार्ड-अक्ष पर अवशोषण का आलेखन करके तैयार करें।

(नमूने में ppm Fe—ब्लैंक में ppm Fe) X 0.4

चिलेटेड लौह प्रतिशत =

ग्राम नमूना

(संदर्भ : विश्लेषण AOAC, 1984 की पद्धति)

(iii) pH का अवधारण

पद्धति सं० 8 (vi) (क) के अनुसार।

जै० कै० अरोड़ा,

संयुक्त सचिव,

भारत सरकार।

No. 13-3/86-FERT. LAW

GOVERNMENT OF INDIA

MINISTRY OF AGRICULTURE

(DEPARTMENT OF AGRICULTURE AND CO-OPERATION)

ORDER

New Delhi, the 21st October, 1986

G.S.R.1160(E).—In exercise of the powers conferred by section 3 of the Essential Commodities Act, 1955 (10 of 1955), the Central Government hereby makes the following order further to amend the Fertiliser (Control) Order, 1985, namely:—

1. (1) This Order may be called Fertiliser (Control) (Third Amendment) Order, 1986.

(2) It shall come into force on the date of its publication in the Official Gazette.

2. In Schedule 1 to the Fertiliser (Control) Order, 1985 (hereinafter referred to as the said order),—

(1) Under the heading "Part-A. Specifications of Fertilisers", and sub-heading "1(f) Micronutrients", after serial number 2 and the entries relating thereto, the following serial number and entries shall be inserted, namely:—

Name of fertiliser 1	Specifications 2
3. Borax (Sodium Tetra-borate) ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$) for soil application.	(i) Content of Boron as (B) per cent by weight, minimum .. 10.5 (ii) Matter insoluble in water per cent by weight, maximum .. 1.0 (iii) pH 9.0—9.5 (iv) Lead (as Pb) per cent by weight, maximum 0.003
4. Solubor ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 5\text{H}_2\text{O} \times \text{Na}_2\text{B}_{10}\text{O}_{16} \cdot \text{H}_2\text{O}$) for foliar spray. (ii)	(i) Content of Boron (as B) per cent by weight, minimum .. 19.0 Matter insoluble in water per cent by weight, maximum .. 1.0 (iii) Lead (as Pb) per cent by weight, maximum .. 0.003
9. Chelated Iron as Fe-EDTA	(i) Appearance—Free flowing crystalline/powder. (ii) Iron content (expressed as Fe), per cent by weight minimum in the form of Fe-EDTA .. 12.0 (iii) Lead (as Pb) per cent by weight maximum 0.003 (iv) pH 5.5—6.5

(2) Under the heading "Part-B. Tolerance limits in plant nutrient for various fertilisers", after serial number 4 and the entries relating thereto, the following serial numbers and entries shall be added, namely:—

- | | |
|---|--------|
| 5. For Borax, Chelated Zinc—EDTA and Chelated iron—EDTA | .. 0.1 |
| 6. For Solubor, Copper Sulphate, Zinc Sulphate, Manganese Sulphate and ferrous sulphate | .. 0.2 |
| 7. For ammonium molybdate | .. 0.5 |

(3) In Schedule-II to the said Order, under the heading "Part-B. Method of analysis of fertilisers".

(i) Under sub-heading "7. Method of analysis of Zinc Sulphate, Agricultural Grade", for serial number (iii) and the entries relating thereto, the following serial number and entries shall be substituted, namely:—

"(iii) Determination of Zinc in Zinc Sulphate by modified EDTA titration method:—

(a) REAGENTS:

(1) E.D.T.A. Solution:

Dissolve and 3.72 g of Di-sodium Ethylene Diamine Tetra acetate dihydrate in distilled water and make up the volume to 1 litre.

(2) Standard Zinc metal solution:

Weigh about 1.0 g of zinc metal and record the weight accurately. Express this as

W. Add HCl (1:1) @ of 20 ml per g of zinc metal. Keep it for few hours and allow it to dissolve completely. Make up the volume of the solution to exactly 1000 ml.

(3) Ammonium Hydroxide (20 %) (ml/ml).

(4) Ammonium Chloride—AR grade salt.

(5)* Sodium Cyanide—AR/GR grade salt.

(6) Eriochrome Black (T) indicator mixture:

Mix thoroughly 1 g of Eriochrome Black (T) indicator with 100 g of AR Grade sodium chloride.

(7) Formaldehyde—Acetic Acid Solution (4%):

Dissolve 100 ml of Formaldehyde (37—40 %) in about 100 ml of distilled water. Add 40 ml glacial Acetic Acid and make volume to 1 litre with distilled water.

(8) Hydroxylamine Hydrochloride:

AR Grade solid salt.

Note.—Distilled water means glass distilled water.

*To be used with extreme care.

(b) PROCEDURE:

(1) Standardisation of EDTA Solution:

(A) Take 10 ml of Zinc metal solution (standard).

(B) Add about 0.1 g of ammonium chloride and 30 ml of ammonium hydroxide solution (20 %).

(C) Dilute it by adding about 30 ml distilled water.

(D) Add a pinch of eriochrome black (T) indicator mixture. It will give red colour.

(E) Titrate it with EDTA solution to obtain clear blue end point. Note the volume of EDTA used as V_1 ml.

(2) Estimation of Zinc in samples:

(A) Weigh accurately 1.0 g of a given zinc sulphate sample and dissolve it in 100 ml of distilled water in a volumetric flask.

(B) Take 10 ml of aliquot in beaker. Add 0.1 g of hydroxylamine hydrochloride and 0.1 g of ammonium chloride.

(C) Cautiously add small quantity of sodium cyanide. White precipitate will appear. Continue adding sodium cyanide till white precipitate disappears while swirling the beaker with hand. Add about 0.5 g excess of sodium cyanide.

(D) Dilute it by adding about 30 ml of ammonium hydroxide (20 %) and add about 30 ml of distilled water.

(E) Add a pinch of eriochrome black (T) indicator mixture. It will give red colour.

(F) Titrate with EDTA solution till there is a sharp change to violet colour. Note the volume of EDTA used as V_2 (ml).

(G) Add 20 ml of Formaldehyde—acetic acid solution into above titrated solution and mix well. Red colour will reappear.

(H) Titrate it with EDTA solution to get blue end point without red tinge. Note the volume of EDTA used in second titration as V_3 ml.

CALCULATION:

$$\text{Zinc \%} = \frac{10}{V_1} \times V_3 \times W$$

W = Weight in g of piece of Zinc metal taken for preparation of standard zinc solution.

V_1 = Volume of EDTA solution (in ml) used for 10 ml of Zinc metal solution.

V_3 = Volume of EDTA solution (in ml) used for second titration.

(2) After sub-heading "10. Alternative method of analysis of manganese sulphate, Agricultural Grade", and the serial number and entries thereto, the following sub-heading, serial numbers and entries shall be inserted, namely:—

"11. Method of analysis of Borax (Sodium Tetraborate decahydrate fertiliser):

(i) Quality of reagents:

Unless specified otherwise, pure chemicals and glass distilled water shall be used in tests.

Note.—'Pure chemicals' means chemicals that do not contain impurities which affect the results of analysis.

(ii) Determination of Boron:

(A) Atomic absorption spectrophotometer method:

(a) Reagents:

Standard Boron Solution—Weigh 44.095 g of sodium tetraborate decahydrate ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$)—AR grade on clean watch glass and transfer it to one litre volumetric flask through the funnel giving several washings to watch glass and funnel with glass distilled water. Make the volume upto the mark. Stopper the flask and shake the solution well. This is 5000 ppm boron solution hereinafter called standard A. This solution should be stored in clean bottle for further use.

(2) Preparation of working standards.—Pipette the following volume of standard A in 50 ml numbered volumetric flasks and make the volume with water:—

Flask No.	Volume of standard A taken (ml)	Concentration of boron after making volume to 50 ml (ppm)
1.	0.0	0.0
2.	4.0	400
3.	6.0	600
4.	8.0	800
5.	10.0	1000
6.	12.0	1200
7.	14.0	1400
8.	16.0	1600

(b) Procedure:

- (1) Preparation of sample solution.—Weigh 2.500 g of the material on a clean watch glass and transfer it quantitatively in a 250 ml volumetric flask through the funnel giving repeated washing with water. Make up the volume, stopper the flask and shake well.
- (2) Flaming the solutions.—Flame the standards and the sample solution on atomic absorption spectrophotometer at a wavelength of 249.8 nm using nitrous oxide-acetylene flame.

Calculations.—Prepare a standard curve of known concentrations of boron solutions by plotting the absorbance value on Y-axis against their respective boron concentration on X-axis. Calculate the percentage boron in the given sample by multiplying boron concentration value obtained from standard curve by 0.01.

Example:

Wt of the fertiliser sample	.. 2.50 g
Volume made	.. 250 ml.
Dilution factor	.. $250=100$
	<u>2.5</u>

Reading of sample from atomic absorption = Y

*Corresponding concentration value of boron from standard curve against Y absorbance = X ppm percentage of boron in the sample = $0.01 \times X$.

(B) Titrametric method:

(a) *Outline of the method.*—Borax is determined by first converting it to boric acid with hydrochloric acid and then titrating against sodium hydroxide solution after complexing boric acid with mannitol or sorbitol.

(b) Reagents:

- (1) Standard hydrochloric acid—0.5N.
- (2) Standard sodium hydroxide—1.0N
- (3) Methyl red indicator—Dissolve 0.1g of the material in 60 ml of rectified spirit and dilute with water to 100 ml.
- (4) Phenolphthalein indicator—Dissolve 1 g of the material in 100 ml of rectified spirit.
- (5) Mannitol or sorbitol.

(c) Procedure:

- (1) Dissolve 3.0 g of the material, accurately weighed in 60 ml of water and titrate with hydrochloric acid, using methyl red solution as indicator.
- (2) Boil and cool the solution.
- (3) Add 20 g of mannitol or sorbitol and titrate with sodium hydroxide, using phenolphthalein solution as indicator.

Calculation:

Boron content, per cent by weight = $1.08W/19.N$.

V = Volume in ml of standard sodium hydroxide used.

N = Normality of sodium hydroxide, and

W = Weight in g of the material taken for the test.

(Ref.—ISI—1109—1980)

(iii)* Determination of matter insoluble in water—

Same as method No. 8 (vii)(a).

(iv) Determination of pH:

Dissolve 3.8 g of the material in water and make it to 100 ml. Measure the pH value of the solution with the help of suitable pH meter, using glass electrodes.

(v) Determination of lead:

Same as method No. 8 (v). Substitute zinc sulphate by borax.

12. Method of Analysis of Copper Sulphate Fertiliser ($Cu. SO_4. 5H_2O$).

(i) Quality of Reagents:

Unless specified otherwise pure chemicals and glass distilled or demineralised water shall be used in tests.

Note.—‘Pure chemicals’ means chemicals which do not contain impurities which affect the results of analysis. Demineralised water, means the water obtained after

passing distilled water through a cation and anion exchange resin or a combined cation-anion exchange resin.

(ii) *Determination of Copper:*

(A) *Atomic absorption Spectrophotometer method:*

(a) *Reagents.*—As specified in 8 (iv)(a) (1), (2) and (3).

(b) *Procedure:*

- (1) Weigh 0.25 g of the material on a clean watch glass and transfer it to one litre volumetric flask through the funnel giving repeated washings with glass distilled water. Add one ml of 10 per cent sulphuric acid and make-up the volume.
- (2) Take 5 ml of the prepared solution in 500 ml volumetric flask and make up the volume. Shake the solution well and filter through Whatman No. 42 filter paper in dry clean flask. The flask should be rinsed with a 10 to 15 ml of the filtrate and then continue filtration.
- (3) *Flaming the solutions.*—Flame the standards and the filtered samples on an atomic absorption spectrophotometer at a wavelength of 324.8 nm using air-acetylene flame.

Calculation:

Prepare a standard curve of known concentrations of copper solution by plotting the absorbance values on Y-axis against their respective concentration values on X-axis.

$$\text{Per cent, Copper in sample} = \frac{10x}{W}$$

Where W = Weight in g of the material taken for test.

X = Conc. of copper (in ppm) as determined from the graph.

(B) *By iodometric titration method:*

(a) *Outline of the method:*

Copper is determined with the addition of potassium iodide and titrating the liberated iodine against standard sodium thiosulphate solution.

(b) *Reagents:*

- (1) Sodium carbonate—AR grade.
- (2) Potassium Iodide—AR Crystals.
- (3) Acetic Acid—AR grade.
- (4) Standard sodium thiosulphate solution—0.1N.
- (5) Starch indicator solution—Triturate 5 g of starch and 0.01 g of mercuric iodide with 30 ml of cold water and slowly pour it with stirring into one litre of boiling water. Boil for three minutes. Allow to cool and decant off the supernatant clear liquid.
- (6) Potassium thiocyanate crystals.

(c) *Procedure:*

- (1) Dissolve about 1 g of the test sample (accurately weighed), in 50 ml of water.
- (2) Add a pinch of sodium carbonate till a slight turbidity appears. Then add 5 ml of acetic acid, 3 g of potassium iodide and titrate the liberated iodine with sodium thiosulphate solution, using starch as an indicator, until only a faint blue colour remains.
- (3) Add about 2 g of potassium thiocyanate, shake and continue the titration until the blue colour disappears.

Calculations:

$$\text{Copper, per cent by mass} = \frac{6.35.V.N.}{M}$$

Where V=Volume in ml of standard sodium thiosulphate solution.

N=Normality of standard thiosulphate solution, and

M=Mass in g of the sample taken for the test.

[Ref: IS-261 (1982)].

(iii) Determination of lead (Pb):

Same as method No. 8 (v).

Substitute Zinc Sulphate by Copper Sulphate.

(iv) Determination of soluble Iron and Aluminium compounds (expressed as Fe).

(a) Outline of the method—iron and aluminium are determined gravimetrically by precipitation with ammonium hydroxide.

(b) Reagents:

1. Concentrated nitric acid—AR grade.
2. Ammonium Chloride—AR grade.
3. Dilute ammonium hydroxide—approximately 15 per cent NH_3 (m/v).
4. Dilute Hydrochloric acid—33 per cent (m/v).

(c) Procedure:

- (1) Take 10 g of the test sample and add 25 ml of water, 2 ml of nitric acid and 5 g of ammonium chloride.
- (2) Make the solution alkaline by adding ammonium hydroxide solution.
- (3) keep it on a water bath until the precipitate has flocculated, keeping the solution alkaline by the addition of more ammonium hydroxide, if necessary.
- (4) Filter and wash the residue with dilute ammonium hydroxide.
- (5) Dissolve the residue in hot dilute hydrochloric acid.
- (6) Make the solution again alkaline by adding ammonium hydroxide and allow the precipitate to settle.
- (7) Filter and wash the residue with water.
- (8) Dry the residue, ignite and weigh till a constant mass is obtained.

Calculation:

$$\text{Soluble iron and aluminium compounds (as Fe) per cent by mass} = \frac{70M_1}{M_2}$$

Where M_1 =Mass in g of the residue obtained; and

M_2 =Mass in g of the sample taken for the test

(Ref: IS: 261—1982).

*(v) Determination of matter insoluble in water:**(a) Reagents:*

- (1) Concentrated sulphuric acid—AR grade.

(b) Procedure:

Weigh accurately about 10 g of the test sample and dissolve in 100 ml of water. Add 3 ml of sulphuric acid and stir thoroughly at room temperature. Filter through a tared filter paper or tared Gooch or Sintered glass crucible (G. No. 4). Wash the residue with water till it is free from acid. Dry the filter paper or crucible in an oven maintained at a temperature of 105° to 110° C till constant mass is obtained.

Calculation:

$$\text{Insoluble matter, per cent by mass} = \frac{M_1 \times 100}{M_2}$$

Where M_1 = mass in g of the residue obtained for the test.

M_2 = mass in g of the material taken for the test.

(vi) *Determination of pH.*

(a) *Procedure:*

Dissolve 5 g of the test sample in water and make up the volume to 100 ml. Determine pH with glass electrodes using a suitable pH meter.

13. *Method of Analysis of Ferrous Sulphate: (heptahydrate) $FeSO_4 \cdot 7H_2O$*

(i) *Quality of Reagents.*—Unless specified otherwise, pure chemicals and glass distilled or demineralised water shall be used in tests.

Note.—‘Pure Chemicals’ means chemicals that do not contain impurities which affect the result of analysis. Demineralised water means the water obtained after passing distilled water through a cation and an anion exchange resin or a combined cation-anion exchange resin.

(ii) *Determine of Ferrous Iron:*

(a) *Outline of the method.*—Ferrous iron content is determined by titration with standard potassium permanganate solution.

(b) *Reagent:*

1. Dilute Sulphuric acid—4 N approximately.
2. Standard Potassium permanganate solution—0.1 N.
3. Orthophosphoric acid.

(c) *Procedure:*

1. Weight accurately about 5 g of the prepared sample and dissolve in water.
2. Add 1 to 2 ml of dilute sulphuric acid and make up the solution to 250 ml in a volumetric flask.
3. Pipette out exactly 50 ml of the solution in a flask.
4. Add 10 ml of dilute sulphuric acid and 2 ml of Orthophosphoric acid and titrate with standard potassium permanganate solution.

Calculation:

Ferrous iron, per cent by weight = $\frac{27.92 V.N.}{W}$

Where V = Volume of standard potassium permanganate used.

N = Normality of standard potassium permanganate solution.

W = Weight in g of the material taken for the test.

(Ref: IS: 262—1982)

(iii) *Determination of total iron:*

(A) *Titrimetric method using potassium dichromate:*

(a) *Outline of the method.*—Total iron is determined by reducing ferric iron with stannous chloride and then titrating the total ferrous iron with standard potassium dichromate solution.

(b) *Reagents:*

- (1) Concentrated hydrochloric acid.

- (2) Stannous chloride solution—Dissolve 6.0 g of stannous chloride crystals ($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) in 60 ml of concentrated hydrochloric acid and dilute with water to 100 ml. Keep this solution in stoppered bottle.
- (3) Mercuric chloride solution—Saturated.
- (4) Concentrated sulphuric acid.
- (5) Diphenylamine indicator—Dissolve 0.1 g of diphenylamine in 100 ml of concentrated sulphuric acid.
- (6) Standard potassium dichromate solution—1.0 N.

(c) Procedure:

- (1) Weigh accurately about 5 g of the prepared sample and dissolve it in water.
- (2) Add 1 to 2 ml of dilute sulphuric acid and make up the volume to 250 ml in a volumetric flask.
- (3) Take 50 ml aliquot of this solution and add 10 ml of concentrated hydrochloric acid and heat to boiling.
- (4) Reduce the iron by adding stannous chloride solution until the yellow colour of the ferric chloride disappears. Do not add more than 2 to 3 drops of stannous chloride in excess.
- (5) Cool the solution, add rapidly mercuric chloride solution and stir so that a white precipitate of mercurous chloride forms slowly, indicating that a slight excess of stannous chloride is present.
- (6) Allow to stand for 5 to 10 minutes, dilute to 150 to 200 ml and add 5 ml of phosphoric acid and 5 drops of diphenylamine indicator. Titrate with standard potassium dichromate solution until the colour of the solution changes to a deep blue which does not fade on stirring.

Calculation:

$$\text{Total iron, per cent by weight} = \frac{27.92 \text{ V.N.}}{W}$$

Where V=Volume in ml of potassium dichromate used in titration.
N=Normality of standard potassium dichromate solution, and
W=Weight in g of the material present in the aliquot.

(Ref: IS: 262—1967).

B. Atomic absorption spectrophotometer method:

(a) Reagents:

- (1) Standard iron solution—(1000 ppm)—Weigh accurately 1 g pure iron wire and put it in approximately 30 ml 6 N HCl, in a beaker and boil. Transfer it to one litre volumetric flask through the funnel giving several washings to the beaker and funnel with glass distilled water. Make the volume up to the mark. Stopper the flask and shake the solution well. This is 1000 ppm iron solution.
- (2) Glass distilled or mineralised water of pH 2.5 ± 0.5 .
- (3) Preparation of working standards—pipette 10 ml iron stock solution in 100 ml volumetric flask and dilute to volume. This is 100 ppm iron solution.

Pipette the following volumes of 100 ppm iron solution in 50 ml numbered volu-

metric flask and make the volume with acidified water:—

Flask No.	Volume of 100 ppm standard iron solution taken (ml)	Concentration of iron after making volume to 50 ml (ppm)
1.	0.0	0.0
2.	1.0	2.0
3.	2.0	4.0
4.	3.0	6.0
5.	4.0	8.0
6.	5.0	10.0
7.	6.0	12.0
8.	7.0	14.0
9.	8.0	16.0
10.	9.0	18.0
11.	10.0	20.0

Stopper the flask and shake the solution well.

(b) *Procedure:*

- (1) Preparation of ferrous sulphate fertiliser sample: Weigh exactly 1.000 g of the material on a clean watch glass and transfer it to a one litre volumetric flask through the funnel giving repeated washing with acidified water and dissolve the material by shaking well. Make the volume up to the mark with acidified water and shake well.
- (2) Take 5 ml of the prepared solution in 100 ml volumetric flask and make up the volume with acidified water. Shake the solution well and filter through Whatman No. 42 filter paper in dry clean flasks. The flasks should be rinsed with a 10 to 15 ml of the filtrate and then continue filtration.
- (3) Flaming the solutions—Flame the standards and the filtered sample on atomic absorption spectrophotometer at a wave length of 248.3 nm using clean air acetylene flame.

Calculation:

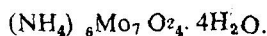
Prepare a standard curve of known concentrations of iron solutions by plotting the absorbance value on Y—axis against their respective iron concentrations on X—axis. Determine the concentration of iron in the sample solution from the graph.

$$\text{Total iron \%} = \frac{2.X}{W}$$

Where X = Concentration of Fe (in ppm) obtained from the standard curve.
W = Weight in g of the material taken for the test.

- (iv) *Determination of ferric iron.*—Subtract the value of Ferrous iron per cent from total iron per cent to obtain the Ferric iron per cent in the sample.
(Re: IS: 262—1967).
- (v) *Determination of pH.*—Dissolve 5.0 g of the sample in 100 ml of freshly boiled and cooled water and determine the pH by means of a pH meter using glass electrode.
- (vi) *Determination of matter insoluble in water.*—Same as method No. 8 (vii).
- (vii) *Determination of lead.*—Same as method No. 8 (v), substitute Zinc sulphate by ferrous sulphate.

14. *Method of analysis of ammonium molybdate:*



(i) *Quality of Reagents:*

Unless specified otherwise, pure chemicals and glass distilled or demineralised water shall be used in tests.

Note.—'Pure chemicals' means chemicals that do not contain impurities which affect the results of analysis. 'Demineralised Water' means the water obtained after passing distilled water through a cation and anion exchange resins or a combined cation-anion exchange resin.

(ii) *Determination of Molybdenum:*

(A) *Atomic Absorption spectrophotometer method:*

(a) *Reagents:*

- (1) Potassium Sulphate—Dissolve 25 g of AR Potassium sulphate in 1 litre of distilled water.
- (2) Standard molybdenum solution—Weigh 1.5 g of molybdenum trioxide (MoO_3) and transfer it to one litre volumetric flask through the funnel giving several washings to beaker and funnel with glass distilled water. Make up the volume upto the mark. This is 1000 ppm standard molybdenum solution.
- (3) Preparation of working standards—Pipette the following volume of 1000 ppm standard Mo solution in 100 ml numbered volumetric flasks. Add 20 ml of potassium sulphate solution to each flask and make up the volume to 100 ml. Stopper the flask and shake them well:—

Flask No.	Volume of 1000 ppm Mo solution taken (ml)	Volume of Potassium sulphate added (ml)	Concentration of molybdenum after making the volume to 100 ml (ppm)
1.	0.0	20.0	0
2.	2.0	20.0	20
3.	3.0	20.0	30
4.	4.0	20.0	40
5.	5.0	20.0	50
6.	6.0	20.0	60

(b) *Procedure:*

- (1) Preparation of Ammonium Molybdate fertiliser sample: Weigh exactly 0.1 g of the flash through material on the clean watch glass and transfer it to a 100 ml volumetric funnel giving repeated washings and dissolve the material by shaking well. Make the volume upto the mark.
- (2) Take 10 ml of the prepared solution in a 100 ml volumetric flask, add 20 ml of potassium sulphate solution and make the volume upto the mark.
- (3) Flaming the solution: Flame the standards and the filtered samples on an atomic absorption spectrophotometer at a wavelength of 313.3 nm using nitrous oxide-acetylene flame.

Calculation:

Prepare a standard curve of known concentration of molybdenum solution by plotting the absorbance value on Y-axis against their respective molybdenum concentration on X-axis.

$$\text{Per cent of Mo} = \frac{X}{10W}$$

Where X = Concentration of molybdenum (ppm) as obtained from the calibration curve.

W = Weight in g of the material taken for the test.

(B) *Colorimetric method for determination of molybdenum:*

(a) *Outline of the method:*

Molybdenum (vi) in acid solution when treated with stannous chloride (best in the presence of a little ferrous iron) is converted largely into molybdenum (v). This forms a complex with thiocyanate iron, probably largely $Mo(SCN)_5$, which is red in colour. The latter may be extracted with solvents possessing donor oxygen atoms (3-Methylbutanol is preferred). The colour depends upon the acid concentration (optimum concentration 1M) and the concentration of thiocyanate iron 1.0 per cent, but colour intensity is constant in the range 2-10 per cent; it is little influenced by excess of stannous chloride. The molybdenum complex has maximum absorption at 465 nm.

(b) *Apparatus:*

1. Photometer—Any suitable photoelectric colorimeter.

(c) *Reagents:*

1. Standard molybdenum solution—(0.001 per cent molybdenum)—weigh 0.184 of A.R. Ammonium molybdate $(NH_4)_6 Mo_7 O_{24} \cdot 4H_2O$ on a clean watch glass and transfer it to one litre volumetric flask through the funnel giving several washings to watch glass and funnel with glass distilled water. Make the volume upto the mark. Pipette out 10 ml of this solution into 100 ml volumetric flask and make the volume upto the mark. This gives 0.001 per cent Mo solution.
2. Ferrous Ammonium Sulphate—Dissolve 10 g of AR ferrous ammonium sulphate salt in 100 ml of very dilute H_2SO_4 .
3. Stannous chloride solution—Dissolve 10 g of AR stannous chloride dihydrate in 100 ml of 1 M-hydrochloric acid.
4. Potassium thiocyanate solution—Dissolve 10 g of AR potassium thiocyanate salt in 100 ml of distilled water.
5. Iso-amyl alcohol.

(d) *Preparation of Sample*—Weigh 0.1 g of sample on a clean watch glass and transfer it to one litre volumetric flask, through the funnel giving several washings to watch glass and funnel with glass distilled water. Make the volume upto the mark. Pipette out 5 ml of this solution into a 100 ml of volumetric flask and make up the volume upto the mark.

(e) *Procedure:*

- (1) Place 1.0, 2.0, 3.0, 4.0 and 5.0 ml of the 0.001 per cent molybdenum solution (containing 0.01 mg, 0.02 mg, 0.03 mg, 0.04 mg and 0.05 mg molybdenum) severally in 50 ml capacity separating funnels and diluting each with an equal volume of water.
- (2) Add to each funnel 2.0 ml of conc. HCl , 1.0 ml of ammonium ferrous sulphate and 3.0 ml of the potassium thiocyanate solution.
- (3) Shake gently and then introduce 3.0 ml of the stannous chloride solution.
- (4) Add water to bring the total volume in each separating funnel to 25 ml and mix.
- (5) Pipette 10 ml of redistilled 3-methylbutanol (iso-amylalcohol) into each funnel and shake individually for 30 seconds.
- (6) Allow the phases to separate and carefully run out the lower aqueous layer.
- (7) Remove the glass stopper and pour the alcoholic extract through small plug of purified glass wool in a small funnel and collect the organic extract in a 1.0 cm absorption cell.

- (8) Measure the absorbance at 465 nm in a spectrophotometer against a 3-methyl-butanol blank.
- (9) Plot absorbance against concentration of standard molybdenum solutions and draw the calibration curve.
- (10) Take 10 ml of the sample solution and determine the absorbance of it by subjecting it to the same treatment as the standard solutions, using calibration curve, determine the corresponding concentration of molybdenum in the sample solution.

Calculation:

$$\% \text{ Mo} = \frac{2000 \cdot X}{Y \cdot W}$$

Where X = Concentration of molybdenum (in mg) of the test solution.

Y = Volume of sample solution taken for the test.

W = Wt. in g of the material taken for the preparation of the sample solution.

(Ref: Vogel's Text Book of Quantitative analysis)

(iii) Determination of matter insoluble in water:

(a) Procedure:

Dissolve 25.0 g of the material in 125 ml of water. Filter through a weighed and prepared Gooch crucible or sintered glass crucible (G. No. 4) and wash the residue thoroughly with water. Dry the crucible at $110^{\circ} \pm 8^{\circ}$ to constants mass.

(b) Calculation:

Matter insoluble in water per cent by weight = $4A$

Where A = Weight in g of the residue.

(iv) Determination of lead:

Same as per method No. 8(v). Substitute zinc sulphate by ammonium molybdate.

15. Method of Analysis of Chelated Zinc (As Zn—EDTA):

(i) Reagents:

- (a) EDTA Solution—[0.05M—Dissolve 18.612 g of disodium ethylene diamine tetraacetate dihydrate (EDTA)] in distilled water and make up the volume to 1 litre.
- (b) Standard zinc solution (1000 ppm) weigh accurately 1.0 g of zinc metal in a beaker. Add 20 ml HCl (1:1). Keep it for few hours and allow it to dissolve completely. Transfer the solution to 1 litre volumetric flask. Make the volume upto the mark.
- (c) Concentrated Ammonia solution (sp. gr. 0.88).
- (d) Ammonium Nitrate—AR grade salt.
- (e) Buffer solution [(pH)-10]—Dissolve 8.0 g AR grade ammonium nitrate in 60 ml of water and add 35 ml of concentrated ammonia solution (sp. gr.—0.88).
- (f) Eriochrome black (T) indicator mixture—mix thoroughly 1 gm of eriochrome black (T) indicator with 100 gm of AR grade potassium nitrate.
- (g) Hydroxylamine hydrochloride—AR grade.
- (h) Potassium cyanide—AR grade (to be used with extreme care) 15% aq. solution.
- (i) Manganese sulphate solution—Dissolve 11.15 g of AR grade manganese sulphate in 1 litre of distilled water.
- (j) Sodium Fluoride AR grade.

(ii) Preparation of sample solution—Weigh accurately 1.0g of the sample and transfer it to 100 ml volumetric flask. Make up the volume with distilled water. Keep it overnight.

(iii) Procedure:

(a) Standardisation of EDTA solution:

(1) Take 10 ml of zinc solution (standard).

- (2) Dilute it by adding 30 ml distilled water.
- (3) Add 10 ml of buffer solution and 30-40 mg of indicator mixture.
- (4) Titrate with EDTA solution till clear blue end point is obtained. Note the volume of EDTA used as V_1 ml.

(b) *Standardisation of manganese sulphate solution:*

- (1) Take 25 ml of manganese sulphate solution.
- (2) Dilute it by adding 100 ml distilled water.
- (3) Add 0.25 g of hydroxylamine hydrochloride and 10 ml of buffer solution.
- (4) Add 30-40 mg of indicator mixture.
- (5) Titrate with EDTA solution till clear blue end point is obtained. Note the volume of EDTA used as V_2 ml.

(c) *Determination of EDTA constant of Zn—EDTA fertiliser:*

- (1) Take 10 ml of sample solution.
- (2) Dilute it by adding 100 ml of distilled water.
- (3) Add 0.25 g of hydroxylamine hydrochloride.
- (4) Add 10 ml of buffer solution and 30-40 mg of indicator mixture.
- (5) Warm to 40°C and titrate with standard EDTA solution (preferably stirring magnetically) to clear blue end point. Note the volume of EDTA used as V_3 ml.
- (6) After the end point, add 2.5 g of sodium chloride and stir for one minute.
- (7) Titrate the solution with standard manganese sulphate solution, slowly, till a permanent red colour is obtained. Note the volume of manganese sulphate added as V_4 ml.
- (8) Stir for 1 minute.
- (9) Titrate the excess of manganese ions with EDTA solution until the colour changes to pure blue. Note the volume of EDTA used as V_5 ml.
- (10) After the second end point (step 9) add 4-5 ml of 15% aqueous potassium cyanide solution.
- (11) Titrate it with manganese sulphate solution till colour changes sharply from blue to red. Note the volume of manganese sulphate solution added as V_6 ml.

Calculation:

Molarity of EDTA solution (M_1) = Molarity of standard zinc solution \times volume of standard zinc solution taken

Volume of EDTA used (V_1).

Molarity of standard manganese sulphate solution (M_2) = $\frac{M_1 V_1}{V_2}$

Volume of standard manganese sulphate solution taken Nos. of millimoles of EDTA used in titrating Zn + other metals (A) = $M_1 V_3$.

No. of millimoles of EDTA liberated by sodium fluoride (B) = $M_2 V_4 - M_1 V_5$.

Hence Nos. of millimoles of EDTA used for titrating zinc (C) = A - B

But Nos. of millimoles of EDTA liberated by KCN (D) = $M_2 V_6$.

Hence No. of millimoles of EDTA contained by Zn—EDTA.

Sample = D - C

EDTA per cent = $372.24 (D - C)$

Per cent of magnesium in the sample = $24.31 \times B$

Per cent of free zinc = $65.38 \times C$.

Per cent Zinc chelated with EDTA=65.38 (D—C).

(Ref: Vogel's Text Book of Quantitative Inorganic Analysis).

16. Method of Analysis of Chelated Iron (As Fe—EDTA):

- (i) Quality of reagents—unless specified otherwise, pure chemicals and glass distilled or demineralised water shall be used in tests.

Note.—'Pure chemicals' means chemicals that do not contain impurities which affect the results of analysis. 'Demineralised Water' means the water obtained after passing distilled water through a cation and an anion exchange resins or a combined cation-anion exchange resin.

(ii) Determination of chelated iron:

(a) Reagents:

- (1) Sodium hydroxide solution—0.5 N, dissolve 20 g Na OH in water and dilute to 1 litre.
- (2) Disodium EDTA solution—0.66%, dissolve 0.73 g of $\text{Na}_2 \text{H}_2 \text{EDTA} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ in water and dilute to 100 ml.
- (3) Iron standard solution—
 - (A) Stock solution—(1000 ppm). Dissolve 1.000 g pure Fe wire in approximately 35 ml 6 N HCl with boiling. Dilute to 1 litre in a volumetric flask with distilled water.
 - (B) Intermediate solution—(100 ppm). Pipette 10 ml iron stock solution and 10 ml $\text{Na}_2 \text{H}_2 \text{EDTA}$ solution in 100 ml volumetric flask and dilute to volume.
 - (C) Working solution—Pipette the following volumes of 100 ppm intermediate solution in 50 ml numbered volumetric flask and make the volume with 0.5 N HCl:—

Flask No.	Volume of 100 ppm standard iron solution taken (ml)	Concentration of Fe after making volume to 50 ml (ppm)
1.	1.0	2.0
2.	2.0	4.0
3.	3.0	6.0
4.	4.0	8.0
5.	5.0	10.0
6.	6.0	12.0
7.	7.0	14.0
8.	8.0	16.0
9.	9.0	18.0
10.	10.0	20.0

(b) Apparatus—Atomic Absorption Spectrophotometer—with air/acetylene flame.

(c) Procedure:

(1) Preparation of sample solution:

- (A) Weigh sample containing approximately 40 mg Fe into 200 ml tall form beaker.
- (B) Wet with 2-3 drops of alcohol and dissolve in 100 ml of water
- (C) Add 4 drops of 30% $\text{H}_2 \text{O}_2$, mix and adjust pH of solution to 8.5 with 0.5 N NaOH. If pH drifts above 8.8, discard solution and repeat analysis.
- (D) Transfer solution to 200 ml volumetric flask, dilute to volume with water and mix.
- (E) Filter solution through quantitative paper.

(F) Pipette 10 ml filtrate into 200 ml volumetric flask and dilute to volume with 0.5 N HCl.

(2) *Flaming the solution:*

Flame the standards and the sample solution on atomic absorption spectrophotometer at wavelength of 248.3 nm using air acetylene flame. In same manner determine Fe blank on all reagents used.

Calculation:

Prepare a standard curve of known concentration of Fe solution by plotting the absorbance value on Y axis against their respective Fe concentration on X axis.

$$\text{Chelated Iron \%} = \frac{(\text{ppm Fe in sample} - \text{ppm Fe in blank})}{\times 0.4 \text{ g}}$$

(Ref. Method of analysis AOAC, 1984).

(iii) Determination of pH

As per Method No. 8 (vi)(a).

sample

J. K. ARORA,

Joint Secretary

to the Government of India.

Note.—The Fertiliser (Control) Order, 1985, was promulgated vide GSR 758(E), dated 25-3-1985.

2. The Schedule-I Part A of the Fertiliser (Control) Order, 1985 was amended vide GSR 201(E), dated 14-2-1986.

3. The Schedule-I Part-B of the Fertiliser (Control) Order was amended vide GSR 508 (E), dated 19-3-1986.

TABLE 53. A. REQUIREMENTS

TABLE 53. A. REQUIREMENTS

0.1

0.1

0.2

0.2

0.4

0.4

0.8

0.8

1.6

1.6

3.2

3.2

6.4

6.4

12.8

12.8

25.6

25.6

51.2

51.2

102.4

102.4